



PCT/FR2004/003150

RECD 16 FEB 2005

WIPO PCT

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le

16 DEC. 2004

Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Martine PLANCHE'.

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

ÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

BEST AVAILABLE COPY

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint-Petersbourg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

6 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Tour vous informer : INPI DIRECT

N° Indigo 0 825 83 85 87
0,15 € TTC/min

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

Réserve à l'INPI

REMISE DES PIÈCES

DATE 10 DEC 2003

LIEU 69 INPI LYON

N° D'ENREGISTREMENT

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE

PAR L'INPI

0314472

10 DEC. 2003

BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

N° 11354*03

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 1/2

BR1

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 @ W / 030103

1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE
À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE

IXAS CONSEIL
15 RUE EMILE ZOLA
69002 LYON

Vos références pour ce dossier
(facultatif) BR1473

Confirmation d'un dépôt par télécopie

N° attribué par l'INPI à la télécopie

Cochez l'une des 4 cases suivantes

2 NATURE DE LA DEMANDE

Demande de brevet

Demande de certificat d'utilité

Demande divisionnaire

Demande de brevet initiale

ou demande de certificat d'utilité initiale

Transformation d'une demande de
brevet européen. Demande de brevet initiale

Date

1 1 1 1 1 1

Date

1 1 1 1 1 1

Date

1 1 1 1 1 1

3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)

Procédé de séparation sélective de matériaux polymères fragmentés en particulier usagés, au moyen de suspensions aqueuses denses dynamiquement stabilisées.

4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ
OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE
LA DATE DE DÉPÔT D'UNE
DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE

Pays ou organisation
Date

N°

Pays ou organisation
Date

N°

Pays ou organisation
Date

N°

S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»

5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)

Personne morale

Personne physique

GALLOO PLASTICS

Nom
ou dénomination sociale

Prénoms

Forme juridique

N° SIREN

Code APE-NAF

Domicile
ou
siège

Rue

Code postal et ville

Pays

Nationalité

N° de téléphone (facultatif)

Adresse électronique (facultatif)

Société Anonyme

4 0 8 4 8 1 9 9 2

2 4 1 L

1 AVENUE DU PORT FLUVIAL

5 9 2 5 0 HALLUIN

FRANCE

FRANCAISE

N° de télécopie (facultatif)

S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»

Remplir impérativement la 2^{me} page

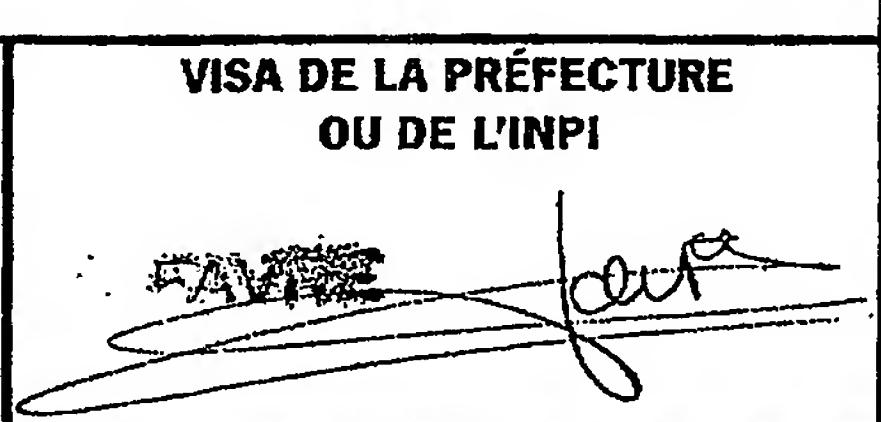
**BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

**REQUÊTE EN DÉLIVRANCE
page 2/2**

BR2

| | |
|------------------------------|----------------|
| REMISE DES PIÈCES | |
| DATE 10 DEC 2003 | |
| LIEU 69 INPI LYON | |
| N° D'ENREGISTREMENT | 0314472 |
| NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI | |

DB 540 W / 210502

| | |
|---|--|
| 6 MANDATAIRE (s'il y a lieu) | |
| Nom GAUCHERAND | |
| Prénom Michel | |
| Cabinet ou Société IXAS CONSEIL | |
| N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel PG 12544 | |
| Adresse | Rue 15 rue Emile Zola |
| | Code postal et ville 69100 LYON |
| | Pays FRANCE |
| N° de téléphone (facultatif) | 04 78 37 75 16 |
| N° de télécopie (facultatif) | 04 78 92 88 58 |
| Adresse électronique (facultatif) michel.gaucherand@ixas-conseil.com | |
| 7 INVENTEUR (S) | |
| Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s) | |
| 8 RAPPORT DE RECHERCHE | |
| Établissement immédiat ou établissement différé <input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> | |
| Paiement échelonné de la redevance (en deux versements) <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt | |
| 9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG <input type="text"/> | |
| 10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS <input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences | |
| Le support électronique de données est joint <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> | |
| La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> | |
| Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes | |
| 11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) MICHEL GAUCHERAND IXAS CONSEIL : 422-5/070  | |
| VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI  | |

PROCEDE DE SEPARATION SELECTIVE DE MATERIAUX POLYMERES
FRAGMENTES EN PARTICULIER USAGES, AU MOYEN DE SUSPENSIONS
AQUEUSES DENSES DYNAMIQUEMENT STABILISEES

5

Domaine de l'invention

L'invention concerne un procédé de séparation selective de matériaux organiques de synthèse en mélange, tels que des polymères et/ou des copolymères qui peuvent être chargés ou non, ignifugés ou non, adjuvantés ou non, qui sont des déchets à recycler pour les valoriser, ces matériaux organiques de synthèse pouvant être issus de la destruction par broyage d'automobiles et de biens de consommation durables parvenus en fin de vie, ledit procédé de séparation selective agissant par séparation de ces matériaux à un seuil de densité choisi dans un milieu dense formé de suspensions liquides séparatives fluides composées de particules pulvérulentes dispersées dans une phase aqueuse, ces suspensions étant dynamiquement stabilisées à la valeur seuil de densité choisie pour provoquer la séparation selective d'une fraction déterminée du mélange des matériaux usagés à séparer.

Les matériaux organiques de synthèse usagés concernés proviennent généralement de résidus de broyage automobile et de biens de consommation durables, arrivés en fin de vie, dans lesquels une multiplicité de types de matériaux organiques de synthèse, que sont les polymères et/ou des copolymères chargés ou non, ignifugés ou non, adjuvantés ou non, sont à considérer comme valorisables et dans lesquels une multiplicité d'autres matériaux sont considérés comme des contaminants gênants tels que des métaux, des minéraux et autres contaminants divers qui doivent être préalablement éliminés. D'autres déchets, tels que des déchets industriels mélangés contenant des

matériaux organiques de synthèse et des déchets d'emballage tels que des polymères et/ou copolymères en provenance de collectes municipales et contenant également des matériaux polymères mélangés peuvent être tout autant 5 considérés comme potentiellement valorisables.

Dans les industries de recyclage de matériaux organiques de synthèse usagés à valoriser, sont pratiqués divers procédés de séparation des constituants des flux, plus ou 10 moins polluants et plus ou moins pollués, plus ou moins concentrés en matériaux organiques de synthèse valorisables qu'il faut séparer des polluants, concentrer et trier par flux homogènes de types de matériaux organiques de synthèse présents, tels que par exemple 15 polyéthylène, polypropylène, polystyrène, (PS), copolymère acrylonitrile-butadiene-styrène, (ABS), polyamides (PA), chlorure de polyvinyle (PVC), polyesters, polyuréthane, polycarbonate, copolymères acryliques ou métacryliques ou autres, tous les polymères pouvant être chargés, 20 adjuvantés, ignifugés ou non.

Ces procédés connus permettent actuellement d'extraire et de séparer des flux à traiter, constitués de mélanges de matériaux organiques de synthèse à valoriser et de 25 matériaux contaminants à éliminer, ces flux comprenant :

- ✓ une phase de matériaux organiques de synthèse de densité inférieure à 1,
- ✓ une phase de matériaux organiques de synthèse de densité supérieure ou égale à 1,
- ✓ une phase de matériaux organiques de synthèse, formée par exemple de mousses de polyéthylène, de polyuréthane, de déchets de films, de fils ou autres,
- ✓ une phase de matériaux contaminants à éliminer dont les constituants ne sont pas valorisables dans de tels procédés de séparation et de valorisation, par

exemple du sable, des débris de verre, des débris de bois, des restes de métaux ou autres.

L'un de ces procédés de séparation de matériaux polymères de tous types provenant de broyage de véhicules automobiles et/ou d'autres objets en fin de vie (décrit dans le brevet européen EP 0918606 B), consiste, après une étape de broyage assurant la fragmentation des matériaux organiques de synthèse, préférentiellement à effectuer une séparation mécanique par facteur de forme, suivie d'une première étape de séparation par densité qui provoque la séparation de tous les matériaux organiques de synthèse à valoriser en deux flux :

- 15 ✓ l'un de densité inférieure à 1, comprenant notamment et par exemple les polyoléfines non chargées, telles que les polyéthylènes ($d=0,92$ à $0,95$), les polypropylènes (d autour de $0,9$), les copolymères d'éthylène et de vinylacétate, les copolymères d'éthylène-propylène caoutchouc (E.P.R.), les copolymères d'éthylène-propylène-diène-monomère (E.P.D.M.), les mousses de polyéthylène (PE), de polypropylène (PP), de polyuréthane (PU) ou autres,
- 25 ✓ l'autre, de densité supérieure ou égale à 1, comprenant notamment et par exemple :
 - du Polystyrène : PS non chargé (d autour de $1,05$)
 - des copolymères acrylonitrile-butadiene-styrène : ABS non chargé (d environ $1,07$)
 - des chlorures de polyvinyle : PVC rigide non chargé (d autour de $1,30$ à $1,40$) et chargé (d autour de $1,40$ à $1,55$), plastifiés tels que plastisol et mousses de PVC

- des polycarbonates : PC non chargé, de densité $d=1,20$ à $1,24$, PC chargé à 20% de fibres de verre de densité $d=1,3$ ou encore PC chargé à 30% de fibres de verre de densité $d=1,44$
- des caoutchoucs thermoplastiques, sauf les caoutchoucs alvéolaires thermodurcissables
- des polyuréthanes : PU chargés ($d=1,21$ environ)
- des polypropylènes chargés Talc (PP Talc chargé entre 5% et 40% en talc)
- des polyéthylènes chargés : (PE chargés entre 2% et 40% de charges)
- des polyesters insaturés (d allant de environ 1,10 à 1,13)
- des polyesters saturés ($d \geq 1,20$), chargés ou non (souvent chargés en fibres de verre)
- des polyamides : PA₆ ($d=1,13$), PA_{6,6} ($d=1,14$), PA_{6,10} ($d=1,08$), PA₁₁ ($d=1,04$), PA₁₂ ($d=1,02$), chargés ou non chargés
- des poly méthacrylates de méthyle : PMMA ($d=1,18$)
- autres.

Ces deux flux sont ultérieurement traités pour en extraire chaque composant, les séparer selon des flux homogènes et les traiter pour en faire des granulés formulés, directement utilisables selon les procédés de la plasturgie.

Si le flux du mélange de matériaux organiques de synthèse valorisables de densité inférieure à 1 est efficacement traité par une succession d'étapes de séparation en milieu aqueux, par des bains de densité adaptée permettant une sélection fine des divers composés polymères présents dans ledit flux, il n'en est pas de même du flux du mélange des

matériaux organiques de densité supérieure ou égale à 1 dont les divers matériaux organiques de synthèse s'avèrent difficilement séparables.

5 Pour ce deuxième flux, en effet, qui se compose d'un mélange de polymère, et/ou copolymères chargés ou non, dont les densités s'étalent de 1 à environ 1,6, la séparation des divers matériaux organiques de synthèse présents dans le mélange s'effectue par densité dans des 10 séparateurs hydrauliques dont le milieu liquide de séparation est formé d'eau, d'agents tensio-actifs, et de composés minéraux tels que des argiles et en particulier de la bentonite et éventuellement des composés solubles dans l'eau tels que des sels minéraux, composés mis en 15 œuvre pour augmenter la densité de la phase liquide et la porter à une valeur de densité permettant en principe une séparation des divers matériaux organiques de synthèse en deux phases distinctes, l'une surnageant et l'autre décantant dans le fond du séparateur, chaque phase formant 20 un nouveau flux soumis à son tour à une nouvelle séparation par densité.

Toutefois, il se révèle à l'usage, en particulier dans des installations de séparation par densité, en service dans 25 des ensembles industriels de traitement de matériaux organiques de synthèse usagés à valoriser, que les milieux liquides de séparation ne sont pas suffisamment stables pour permettre des séparations sélectives pointues par densité, c'est-à-dire procurant des séparations très 30 homogènes en types de matériaux triés, les flux provenant de la séparation pouvant être des mélanges de plusieurs matériaux dont les densités respectives sont très proches les unes des autres.

35 Il a été en effet observé divers phénomènes particulièrement gênants se développant au sein de ces milieux liquides de séparation par densité ; ces

phénomènes gênants, qui sont de réels inconvénients, pouvant être :

- ✓ une évolution de la rhéologie desdits milieux liquides qui se manifeste par une variation perturbante de leur viscosité vers un état plus fluide ou plus pâteux,
- ✓ une dérive ou une variation de la densité apparente des milieux liquides, la densité ne pouvant rester stable au niveau seuil initialement choisi pour une bonne séparation des matériaux organiques de synthèse usagés à valoriser, cette dérive (variation) provoquant une évolution de la composition des flux séparés par un milieu liquide dense,
- ✓ une décantation dans le temps d'une partie des composés minéraux dispersés dans le milieu aqueux pour créer la densité choisie, en partie à l'origine de l'évolution de la densité du milieu liquide de séparation,
- ✓ une quasi-impossibilité de pouvoir séparer finement des matériaux organiques de synthèse usagés à valoriser, chargés ou non, dès lors que la séparation par densité des uns et des autres matériaux doit se faire sur une différence de densité $\Delta=|0,01|$, c'est-à-dire dans un intervalle autour de la densité choisie "ds" de "ds +/-0,005".

Il existe dès lors un problème certain et important quant à la séparation par densité très fine des matériaux organiques de synthèse usagés à valoriser tels que sont des polymères et/ou copolymères chargés ou non qui sont des déchets usagés à recycler, issus de la destruction par broyage d'automobiles et de biens de consommation durables

parvenus en fin de vie, pour obtenir des flux homogènes de matériaux séparés, sans qu'il y ait de dérive de la densité et mélange de matériaux sélectionnés.

5 Etat de la technique

Séparer le mieux possible des uns des autres des matériaux solides difficilement séparables, de densité au moins égale à 1 et généralement très supérieure, en un milieu liquide dense, a fait l'objet de nombreux travaux de recherche et d'applications industrielles.

Le milieu liquide dense de l'état de la technique, de densité généralement supérieure à 1, est formé d'une phase aqueuse dans laquelle :

- ✓ peuvent être dissous des sels minéraux solubles pour augmenter la densité réelle de la phase aqueuse jusqu'à une valeur de densité souhaitée,
- ✓ peuvent être dispersées des argiles pulvérulentes pour créer une suspension de densité apparente jusqu'à obtenir la densité souhaitée,
- ✓ peuvent être combinés les deux moyens précités qui sont les solubilisations de sels augmentant la densité de la phase aqueuse et la dispersion des argiles dans la phase aqueuse à densité augmentée, pour augmenter, dans la limite du possible, la stabilité de la suspension des argiles dans la phase aqueuse densifiée.

30

Dans le cas, par exemple, du traitement de minerais, les procédés de densité pratiqués consistent à séparer les minerais de leur gangue, après une action mécanique de broyage à la maille de libération, dans une suspension aqueuse d'argile pulvérulente dispersée, l'argile agissant en tant qu'agent densifiant, à la concentration adéquate

pour permettre la séparation des composants à séparer en deux phases, l'une surnageante et l'autre décantant.

Toutefois, aux concentrations d'argile mise en œuvre pour 5 préparer les suspensions densifiées de séparation, la stabilité desdites suspensions est toute relative car les concentrations en argile peuvent évoluer dans le temps, selon l'évolution de la composition de la gangue présente à éliminer dont la densité n'est pas stable et varie selon 10 la zone d'extraction de même que la densité du mineraï à extraire.

Dans ces procédés, le seuil de densité choisi pour la 15 séparation est relativement grossier et ne peut attendre habituellement en sensibilité de séparation le premier chiffre après la virgule, c'est-à-dire par exemple un milieu de séparation densifié dont la densité apparente sera comprise entre 1,4 et 1,5.

20 Dans le cas, par exemple, des matériaux organiques de synthèse usagés à valoriser que sont les matériaux polymères fragmentés à séparer entre eux ou à séparer de leurs polluants, sont pratiqués des procédés de séparation par milieux liquides denses, utilisant la solubilisation 25 de sels minéraux dans la phase aqueuse ou la dispersion d'argiles pulvérulentes en quantité adéquate pour établir la densité seuil du partage en présence d'agents tensio-actifs.

30 Des documents ont décrit de tels milieux denses liquides de séparation. Un premier document (DE19964175) décrit une technologie permettant la séparation d'un mélange hétérogène de matériaux polymères fragmentés, selon leur densité apparente, dans une solution aqueuse saline 35 constituant le milieu liquide dense ayant une densité prédéterminée, la séparation s'effectuant selon un flux laminaire nécessitant une optimisation des conditions de

débits de la solution aqueuse saline et du mélange de matériaux polymères à séparer.

Le procédé ainsi évoqué apparaît être plutôt adapté 5 seulement à une valeur unique de densité, tant il semble difficile de faire évoluer la densité du milieu liquide dense selon un large éventail de valeurs, cette évolution étant liée au fait que pour parvenir à des densités relativement élevées, il est nécessaire de mettre en œuvre 10 des concentrations de plus en plus importantes en sels solubilisés ; ce procédé, dès lors, peut devenir d'un coût d'exploitation inacceptable pour séparer des matériaux organiques de synthèse usagés à valoriser de très faible valeur ajoutée, et ce d'autant plus que la technologie 15 utilisée est soumise à une action corrosive évidente de la part du milieu liquide salin.

Un autre document (US 3,857,489) décrit un procédé de séparation d'un flux de matériaux à séparer dans un milieu aqueux dense fait d'une suspension d'argile pulvérulente, dispersée dans de l'eau dont la stabilité est améliorée grâce à l'ajout dans la suspension d'un agent (tensio-actif) stabilisant de l'argile de type hétéro polysaccharides hydrosolubles. Mais la stabilité de la 20 suspension séparative n'est pas suffisamment acquise, un phénomène de décantation des particules d'argiles se produisant, qui provoque une variation importante du seuil 25 de densité choisi pour la séparation sélective.

30 Un autre document (EP 0918 606 B1), tel qu'il a été précédemment évoqué, décrit un procédé de séparation de matériaux polymères fragmentés, provenant de broyage de véhicules automobiles et/ou autres objets en fin de vie qui pratique, sur un flux constitué d'un mélange de 35 polymères et/ou copolymères chargés ou non, dont les densités s'étagent de 1 à 1,6, la séparation en milieu liquide dense mettant en œuvre une suspension faite

d'argile pulvérulente dispersée dans de l'eau, afin d'obtenir un milieu séparatif par densité à un seuil de densité choisi. Mais, comme il a été dst, une telle suspension séparative présente des inconvénients peu surmontables comme une variation de la rhéologie, de la densité dans le temps, une décantation de l'argile pulvérulente et une impossibilité de fixer un seuil de densité particulièrement fin portant par exemple sur le deuxième chiffre après la virgule et de l'y maintenir.

10

Ainsi, l'état de la technique propose divers procédés de séparation de matériaux à séparer, tels ceux résultant du broyage de véhicules et/ou de biens de consommation durables en fin de vie comme l' électroménager, les matériels électroniques ou autres qui, après la récupération des métaux, sont des matériaux organiques de synthèse, en mettant en œuvre des milieux denses liquides, avec tous les inconvénients évoqués précédemment.

20 Mais l'état de la technique ne propose pas de procédés de séparation particulièrement fine des divers types de constituants, de densité au moins égale à 1 et généralement très supérieure à 1, formant un mélange de matériaux organiques de synthèse usagés et à valoriser, se 25 présentant sous un aspect fragmentaire.

Objectifs de l'invention

Le problème industriel qui se pose au terme de l'examen de 30 l'état de la technique et qui apparaît encore insoluble à travers cet état de la technique est de réaliser un procédé et une installation correspondants de séparation fine par différence de densité au moyen d'un milieu liquide dense de mélanges complexes de matériaux de 35 synthèse organiques usagés de tous types, à séparer type par type, ayant chacun une densité au moins égale à 1, en vue de les valoriser par recyclage, tous ces matériaux

étant des polymères et/ou copolymères thermoplastiques ou thermodurs, chargés ou non, ignifugés ou non, adjuantés ou non.

5 A titre d'exemples peuvent être cités tous les thermoplastiques tels que polyoléfines et copolymères oléfiniques, PVC et dérivés, polystyrène et ses copolymères, dérivés cellulosiques, polyamides, polymères acryliques et autres..., mais aussi les thermodurcissables
10 tels que polyesters insaturés, polyuréthanes réticulés, phénoplastes, aminoplastes, résines époxydes et autres... et tous les polymères spéciaux tels que polycarbonate, polyimides, polyuréthanes linéaires, polyesters saturés, silicones, polymères fluorés ou autre, les élastomères de
15 synthèse et autres..., ces produits organiques pouvant être utilisés seuls ou en mélange, mais pouvant aussi être modifiés par des charges minérales, des fibres de renfort, des retardateurs de flamme, des additifs chocs, des colorants, des stabilisants lumière ou thermique, des
20 lubrifiants, des antistatiques, des agents d'expansion et autres....

De nombreux objectifs sont des lors assignés à l'invention pour que l'essentiel au moins des inconvénients manifestes
25 dans l'état de la technique soit éliminé.

Un premier objet de l'invention est de créer un procédé et son installation industrielle correspondante permettant de réaliser une séparation sélective de matériaux organiques
30 de synthèse en mélange, tels que polymères et/ou copolymères chargés ou non, ignifugés ou non, adjuantés ou non, de divers type, qui sont des déchets usagés à recycler pour les valoriser, et sont issus de la destruction par broyage d'automobiles et de biens de
35 consommation durables en fin de vie, par densité à un seuil de densité choisi "ds" pour provoquer leur séparation, la densité s'effectuant dans un milieu liquide

dense formé de suspensions séparatives stables composées de particules pulvérulentes dispersées dans une phase aqueuse.

5 D'autres objets de l'invention sont de créer un procédé et une installation industrielle permettant de réaliser la séparation sélective des matériaux précités, par densité, grâce auxquels :

- 10 ✓ la rhéologie des suspensions séparatives reste stable et ne subit aucune déviance se manifestant par une fluidisation ou un épaississement du milieu liquide dense,
- 15 ✓ la densité apparente "ds" établie pour chaque suspension séparative ne subit aucune dérive par effet de déstabilisation de la suspension dans le temps provoquant la décantation de particules pulvérulentes initialement dispersées en plus ou moins grande quantité,
- 20 ✓ la quasi-totalité au moins des particules pulvérulentes participent activement et effectivement à la création de la densité apparente des suspensions séparatives en raison de leur homogénéité dimensionnelle, sans qu'il soit nécessaire d'éliminer au fur et à mesure des particules sédimentant dans le milieu liquide dense, parce que dimensionnellement trop grandes et dès lors trop lourdes,
- 25 ✓ la séparation sélective et fine des divers matériaux organiques de synthèse constitutifs d'un mélange à trier dont la sensibilité de tri d'un matériau à un autre peut atteindre un différentiel de $\Delta=|0,001|$ ou encore la valeur de la densité ciblée "ds" à $\pm 0,0005$.

Exposé sommaire de l'invention

Selon les divers objets précédemment énoncés, le procédé de séparation sélective par densité de matériaux organiques de synthèse usagés et à recycler pour les valoriser, de densité au moins égale à 1, issus de la destruction par broyage de bien durables parvenus en fin de vie, tels que des véhicules automobiles, le matériel électroménager, le matériel électronique, permet l'élimination des inconvénients décelés dans l'état de la technique et l'apport, simultanément, de substantielles améliorations par rapport aux moyens antérieurement décrits.

15 Selon l'invention, le procédé de séparation sélective de chacun des constituants d'un mélange de matériaux organiques de synthèse que sont les polymères et/ou les copolymères, en particulier usagés et à valoriser par recyclage, de densité au moins égale à 1, se présentant 20 sous une forme fragmentée, consistant à effectuer leur séparation par l'introduction dudit mélange dans un milieu liquide dense, qui est une suspension aqueuse de particules pulvérulentes dispersées en quantité adéquate dans une phase aqueuse, pour créer un niveau de densité 25 "ds" choisi comme seuil de séparation des divers matériaux organiques de synthèse fragmentés à séparer sélectivement par type, caractérisé en ce que ladite suspension séparative est rendue sélective, stable et invariante en densité à un niveau de précision de $\pm 0,0005$ par rapport au 30 seuil de densité "ds" choisi pour la séparation sélective:

a) par la sélection dimensionnelle de particules pulvérulentes dont la coupe granulométrique est d'au plus 30 μm , préférentiellement d'au plus 20 μm , et très préférentiellement d'au plus 5 μm , ces 35 particules solides pulvérulentes ainsi dimensionnées étant dispersées et présentes dans

une phase aqueuse en quantité suffisante pour atteindre le seuil de densité "ds" choisi, et
b) par la mise en œuvre d'au moins un moyen dynamique de stabilisation en créant un débit circulant de ladite suspension.

5

Description détaillée de l'invention

Le procédé de séparation sélective de mélange de matériaux organiques de synthèse usagés s'appliquant à tous les matériaux polymères et/ou copolymères, mélangés et fragmentés, chargés ou non, que l'on cherche à valoriser, qu'ils soient d'origine thermoplastique et/ou thermodure.

10 Selon le procédé de l'invention, les particules pulvérulentes mises en œuvre dans la formation de la suspension aqueuse de séparation fine des divers types de matériaux organiques de synthèse, en particulier usagés, à valoriser, se présentant sous la forme d'un mélange de 20 matériaux fragmentés, sont choisies de telle sorte que :

- ✓ la rhéologie reste stable dans le temps, c'est-à-dire exempte de variation significative de son état vers un état plus fluide ou plus dense,
- ✓ la densité apparente "ds" choisie comme le seuil de séparation fine et d'extraction d'un type de matériau organique de synthèse à extraire du mélange de matériaux usagés le contenant atteigne et conserve cette valeur de densité apparente "ds" avec une précision ciblée dans l'intervalle "ds ±0,0005" donnant ainsi une extrême sensibilité de tri par densité d'un matériau à un autre matériau.

30 Les particules pulvérulentes mises en œuvre selon l'invention peuvent être d'origine naturelle ou synthétique.

Quand les particules pulvérulentes sont d'origine naturelle, elles peuvent être choisies dans le groupe des matériaux minéraux pulvérulents constitué par les argiles, susceptibles de former une suspension plastique stable au contact de l'eau, qui peuvent appartenir aux familles constituées par le groupe des kaolinites, telles que par exemple la kaolinite, la dickite, l'halloysite, les kaolinites désordonnées, les serpentines ; le groupe des micas, tels que par exemple muscovite, biotite et paragonite, la pyrophyllite et le talc, les illites et la glauconite ; le groupe des montmorillonites, telles que par exemple le beidéllite, la stévensite, la saponite, et l'hectorite ; le groupe des chlorites ; le groupe des vermiculites ; le groupe des argiles interstratifiées dont la structure unitaire est une combinaison des groupes précédents ; le groupe des argiles fibreuses, telles que par exemple l'attapulgite (palygorskite), la sépiolite ; ou encore le groupe formé par le carbonate de calcium (la calcite), le carbonate de magnésium, la dolomie (carbonate double de calcium et de magnésium), le sulfate de calcium dihydraté (gypse), le talc, l'alumine, la silice, le dioxyde de titane, la zirconie.

Quand les particules pulvérulentes sont d'origine synthétique, elles peuvent être choisies dans le groupe constitué par les poudres de verre, le carbonate de calcium précipité, les poudres métalliques.

Pour créer les conditions d'une suspension stable par leur dispersion dans la phase aqueuse, lesdites particules pulvérulentes mises en œuvre selon l'invention doivent avoir :

- ✓ une coupe granulométrique d'au plus 30 µm et préférentiellement d'au plus 20 µm et très préférentiellement d'au plus 5 µm.

✓ un diamètre médian d'au plus 5 μm et préférentiellement compris dans l'intervalle allant de 1 μm à 0,005 μm ,

5 Quand les caractéristiques dimensionnelles des particules pulvérulentes sont au-delà des valeurs limites précédemment énoncées, il apparaît manifeste que les suspensions séparatives denses obtenues par leur dispersion dans la phase aqueuse conduisent à des phénomènes de sédimentation, d'instabilité des 10 caractéristiques et de déviation du seuil "ds" ciblé, pour assurer la séparation fine souhaitée des matériaux organiques de synthèse usagés.

15 La quantité pondérale des particules pulvérulentes dispersées dans la phase aqueuse est dépendante du seuil de densité "ds" choisi pour réaliser la séparation fine d'un type de matériaux polymères usagé de densité généralement supérieure à 1, à partir d'un mélange de 20 matériaux usagés le contenant.

Pour séparer, par exemple, du polystyrène (PS) non chargé dont la densité est de 1,05, d'un copolymère d'acrylonitrile-butadiene-styrène (ABS) non chargé de 25 densité 1,07, la quantité de particules pulvérulentes (CaCO_3 broyé) est de 99 g par litre de phase aqueuse pour créer un milieu de densité séparative fine de ces deux matériaux, qui a une densité "ds" exactement égale à 1,06.

30 Selon le procédé de l'invention, la phase aqueuse est choisie parmi les eaux dont la conductivité est préférentiellement d'au plus 50 ms, plus préférentiellement choisie parmi les eaux ayant une conductivité comprise entre 0,2 ms et 40 ms, étant entendu 35 que l'unité de mesure en matière de conductivité est le SIEMENS et que les mesures des eaux mises en œuvre se

manifestent être à l'échelle de 10^{-3} Siemens, c'est-à-dire le millisiemens représenté par ms.

Le milieu aqueux mis en œuvre peut être choisi dans le 5 groupe constitué par des eaux aussi diverses que les eaux de source, les eaux alimentaires, les eaux industrielles traitées ou non, tournant en circuit fermé ou non, de l'eau de mer, sachant que la stabilité de la suspension est acquise au niveau de la densité seuil « ds » choisie pour effectuer une séparation fine quand les deux critères 10 qui sont le dimensionnement des particules pulvérulentes dispersées dans la phase aqueuse et la mise en œuvre d'un moyen dynamique de stabilisation de la suspension sont réunis.

15 Selon l'invention, la stabilisation dynamique des caractéristiques rhéologiques et d'invariance de la densité « ds » seuil choisie à un niveau de précision de "ds $\pm 0,0005$ " des suspensions séparatives :

20 - formées des particules pulvérulentes de dimensions sélectionnées c'est-à-dire de coupe granulométrique, d'au plus 30 μm , préférentiellement d'au plus 20 μm , et très préférentiellement d'au plus 5 μm ,

25 - ces particules solides pulvérulentes ainsi sélectivement dimensionnées étant dispersées et présentes dans la phase aqueuse en quantité suffisante pour atteindre le seuil de densité "ds" 30 choisi, est obtenue par un moyen dynamique de stabilisation pour rendre lesdites suspensions séparatives stables et invariantes en densité à un niveau de densité "ds" choisi comme seuil de séparation des divers matériaux organiques de synthèse fragmentés à séparer sélectivement par type.

Ce moyen dynamique de stabilisation est choisi dans le groupe constitué par une agitation au moyen d'un mobile d'agitation , par une recirculation interne de la suspension au moyen du mobile d'agitation, par une 5 recirculation externe de la suspension au moyen d'une pompe par prélèvement de la suspension dans le fond du conteneur où elle se trouve et par réinjection dans la partie supérieure dudit conteneur, ou par la combinaison des moyens permettant d'associer agitation au moyen d'un mobile d'agitation et recirculation interne et/ou externe 10 de la suspension.

La recirculation externe de la suspension au moyen d'une pompe qui est d'homogénéisation, et/ou la recirculation 15 interne au moyen d'un mobile d'agitation de la suspension stabilisée en son sein, est telle qu'elle ne provoque pas de phénomènes visibles d'agitation, la suspension stable de particules pulvérulentes dispersées dans la phase aqueuse ayant un aspect apparent statique pour ne pas perturber la séparation par densité des flux flottant et 20 décantant des matériaux polymères fragmentés en cours de séparation.

Les conditions de la stabilisation dynamique de la 25 suspension séparative, selon l'invention, sont telles que le débit circulant de la suspension déplacée par l'un et/ou l'autre moyen pour stabiliser la suspension peut varier en fonction de la quantité de particules pulvérulentes dispersées dans la phase aqueuse. Ce débit 30 est au plus de $40\text{m}^3/\text{heure}$, et généralement compris entre 10 et $30\text{ m}^3/\text{h}$, et préférentiellement compris entre 5 et 15 m^3/h .

Le débit circulant de la suspension séparative est réglé 35 sur un taux de renouvellement horaire de ladite suspension qui varie généralement de 0,5 à 4 et préférentiellement de 0,5 à 2.

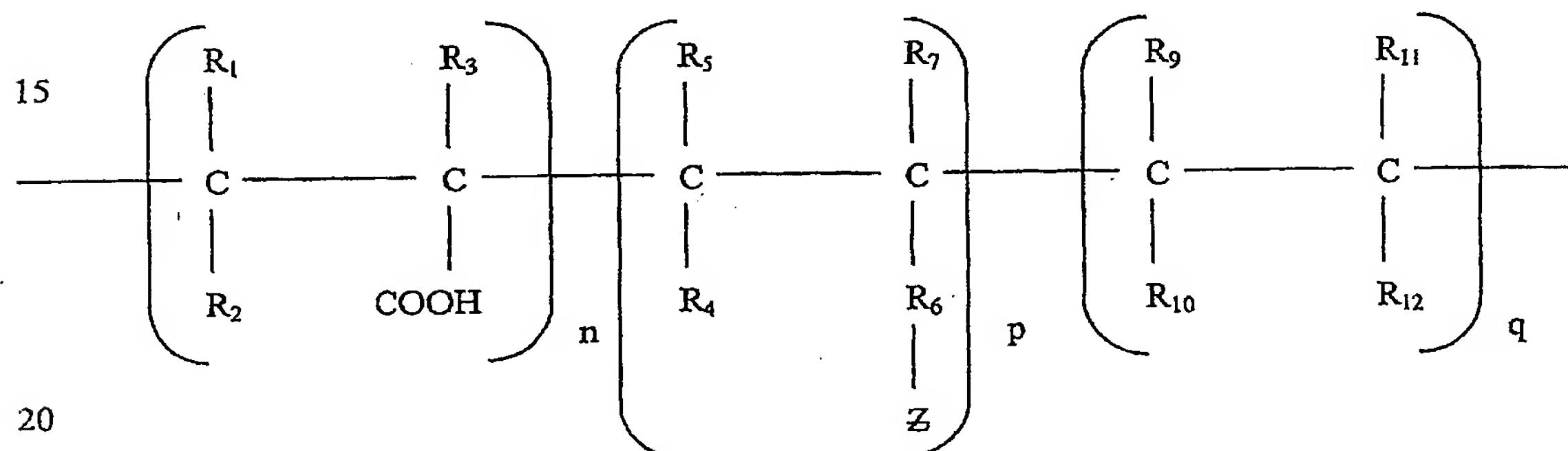
L'homme du métier est à même de pouvoir définir le débit nécessaire pour homogénéiser et maintenir dans cet état homogène la suspension aqueuse de particules pulvérulentes de façon à ce que cette suspension soit stable au niveau de densité « ds » choisie comme seuil de séparation des critères matériaux organiques de synthèse fragmentés, à séparer sélectivement par type. Par exemple lorsque le pourcentage en poids de matière sèche de particules pulvérulentes d'une suspension aqueuse de l'invention est compris entre 7,60 % et 26,56 %, le débit pompe d'homogénéisation à l'origine de l'agitation mécanique peut être de l'ordre de 2 m³/h.

Eventuellement et selon le procédé de l'invention, un agent hydrosoluble d'aide au moyen de stabilisation dynamique des caractéristiques rhéologiques et d'invariance de la densité apparente "ds" à un niveau de précision de $\pm 0,0005$ par rapport à ladite densité "ds" de la suspension de particules solides pulvérulentes, et de renforcement de ces caractéristiques, peut être mis en œuvre dans lesdites suspensions de particules pulvérulentes dispersées initialement stabilisées par un moyen dynamique de stabilisation.

Cet agent hydrosoluble peut être choisi dans le groupe constitué par des agents hydrosolubles de stabilisation connus tels que par exemple les phosphates et polyphosphates, les esters alkylphosphates, alkylphosphonate, alkylsulphate, alkylsulfonate qui provoquent une déflocculation des argiles colloïdales et permettant l'usage d'une suspension de forte densité et de faible viscosité, la lignine, les lignosulfonates sous forme de sels de calcium, de sodium, de fer, de chrome, de fer et de chrome, les copolymères d'anhydride maléique et d'acide styrène sulfonique, les copolymères de méthylacrylamide et d'acide (méthyl) acrylique substitués,

20

neutralisés, estérifiés ou non, les copolymères, d'acide méthylacrylamido-alkyl sulfonique et de (méthyl)acrylamide, les polymères hydrosolubles d'acide acrylique mis en œuvre sous la forme acide ou, 5 éventuellement, neutralisé en tout ou en partie par des agents alcalin et/ou alcalino-terreux, par les amines et/ou salifiées par des ions monovalents et/ou polyvalents, et/ou estérifiées ou encore parmi les copolymères acryliques, hydrosolubles, disposant d'un motif 10 phosphaté, phosphoné, sulfaté, sulfoné, des copolymères acryliques hydrosolubles, dont certains seulement sont connus, répondant à la formule générale :



dans laquelle :

- ✓ Z est un motif de type phosphate, phosphonate, sulfate, sulfonate, ayant au moins une fonction acide libre, toute autre fonction acide pouvant être occupée par un cation, un groupement ammonium, une amine, un alkyle en C_1 à C_3 , un aryle en C_3 à C_6 substitué ou non, un alkylaryle, un ester en C_1 à C_{12} de préférence en C_1 à C_3 , ou un amide substitué.
- ✓ n prend une valeur comprise entre 0 et 95,
- ✓ p prend une valeur comprise entre 95 et 5,
- ✓ q prend une valeur comprise entre 0 et 95,
- ✓ le cumul de $n+p+q$ étant égal à 100, sachant que n et q peuvent être séparément nuls,
- ✓ R_1 et R_2 peuvent être simultanément de l'hydrogène ou encore pendant que l'un est de l'hydrogène,

l'autre peut être une fonction carboxylique estérifiée ou non par un alcool en C₁ à C₁₂ et de préférence en C₁ à C₄,

- ✓ R₃ peut être de l'hydrogène ou un radical alkyl en C₁ à C₁₂ et de préférence en C₁ à C₄,
- ✓ R₄ et R₅ peuvent être, simultanément ou non, de l'hydrogène ou un radical alkyl en C₁ à C₁₂, de préférence en C₁ à C₄, un aryle substitué ou non, une fonction carboxylique estérifiée ou non par un alcool en C₁ à C₁₂ et préférentiellement en C₁ à C₄,
- ✓ R₆ est un radical, qui établit le lien entre le motif z et la chaîne polymérique, ce radical R₆ pouvant être un alkylène de formule $(\text{CH}_2)_r$ dans laquelle r peut prendre les valeurs de l'intervalle 1 à 12, un oxyde ou polyoxyde d'alkylène de formule $(\text{R}_8-\text{O})_s$ dans laquelle R₈ est un alkylène en C₁ à C₄ et s peut prendre les valeurs de 1 à 30, ou encore une combinaison des deux formules $(\text{CH}_2)_r$ et $(\text{R}_8-\text{O})_s$,
- ✓ R₇ peut être de l'hydrogène ou un radical alkyl en C₁ à C₁₂, préférentiellement en C₁ à C₄,
- ✓ R₉ et R₁₀ peuvent être simultanément de l'hydrogène, ou encore pendant que l'un est de l'hydrogène, l'autre est un groupement carboxylique, un ester en C₁ à C₁₂, préférentiellement en C₁ à C₃, un alkyle en C₁ à C₁₂, préférentiellement en C₁ à C₃, un aryle en C₅ ou C₆ ou un alkylaryle,
- ✓ R₁₁ peut être de l'hydrogène, un groupement carboxylique, un alkyle en C₁ à C₃ ou un halogène,
- ✓ R₁₂ peut être un ester en C₁ à C₁₂, de préférence en C₁ à C₅, un amide substitué ou non, un alkyl en C₁ à C₁₂, de préférence en C₁ à C₃, un aryle en C₅ ou C₆, un alkylaryle, un halogène, un groupement carboxylique ou encore un groupement alkyle ou aryle, phosphaté, phosphoré, sulfaté, sulfané.

La quantité pondérale de l'agent hydrosoluble de stabilisation s'exprime en % en poids sec/sec dudit agent par rapport à la quantité pondérale de particules pulvérulentes mises en suspension. Cette quantité pondérale dudit agent est comprise entre 0,02% et 5%, et préférentiellement entre 0,1% et 2% en sec/sec par rapport à la quantité pondérale des particules pulvérulentes.

L'agent hydrosoluble de stabilisation est un copolymère dont la masse moléculaire est généralement comprise entre 10 5000 et 100 000.

L'agent hydrosoluble de stabilisation se présente sous l'aspect d'une solution aqueuse du copolymère qui peut 15 être ou non neutralisé, partiellement ou totalement, au moyen d'un agent de neutralisation choisi, par exemple, dans le groupe constitué, par exemple, par les hydroxydes de sodium, de potassium, d'ammonium, de calcium, de magnésium, de zinc, d'aluminium et les amines primaires, secondaires ou tertiaires, aliphatiques et/ou cycliques, telles que les mono, di, tri éthanolamines, les mono et 20 diéthylamines, la cyclohexylamine, la méthylcyclohexylamine...

25 Dès lors, la stabilité de la suspension séparative est acquise au niveau de la densité seuil "ds" choisie pour effectuer une séparation fine quand les trois critères de dimensionnement des particules (a), de la phase aqueuse de conductivité au plus égale à 15 ms (b), et du moyen de 30 stabilisation dynamique (c), sont réunis.

Selon l'invention, la préparation des suspensions stables de particules pulvérulentes dispersées en quantité adéquate dans une phase aqueuse pour créer un niveau de 35 densité "ds" précis choisi comme seuil de séparation des divers matériaux organiques de synthèse usagés fragmentés à séparer sélectivement, grâce à la précision de la

densité du milieu de séparation, se fait sous agitation par l'introduction contrôlée des particules pulvérulentes en quantité déterminée pour parvenir au seuil de densité souhaité.

5

Les suspensions stables de particules pulvérulentes selon l'invention,

- permettant la séparation fine et sélective de divers matériaux organiques de synthèse constitutifs d'un mélange à trier,
- dont la sensibilité au tri d'un matériau à un autre peut atteindre un différentiel $\Delta=|0,001|$
- permettant de séparer avec efficacité des matériaux polymères en particulier usagés à séparer dont les densités se trouvent dispersées dans un intervalle allant de 1,000 à 1,600.

Toutefois, dans le cas de matériaux polymères en particulier usagés de densité rigoureusement identique mais de nature chimique différente, d'autres moyens de séparation opérant sur d'autres caractéristiques desdits matériaux ou d'autres comportements physico-chimiques sont à mettre en œuvre pourachever ladite séparation sélective.

Selon l'invention, le procédé est mis en œuvre dans une installation industrielle comportant au moins un séparateur hydraulique muni d'au moins un moyen de stabilisation dynamique.

Par séparateur hydraulique, on entend définir des séparateurs dont la phase aqueuse est apparemment statique ou est un flux à très faible vitesse, pouvant être laminaires.

Dans le cas où l'installation industrielle comporte un seul séparateur hydraulique, il est possible de faire évoluer la densité "ds" choisie :

- dans le sens croissant, par ajout contrôlé des 5 particules pulvérulentes définies et sélectionnées dans la suspension présente dans le séparateur hydraulique, jusqu'à atteindre la nouvelle densité "ds" seuil choisie
- dans le sens décroissant par ajout d'eau 10 jusqu'à atteindre la nouvelle densité "ds" seuil choisie.

L'évolution de la densité de la suspension stable séparative, dans un sens croissant ou décroissant, 15 s'effectue sous une agitation au moyen d'un mobile d'agitation et/ou d'une recirculation interne du milieu aqueux et/ou d'une recirculation du milieu dense par prélèvement dans le fond du séparateur hydraulique et réinjection au sommet dudit séparateur du milieu aqueux 20 dense, en cours de correction et après correction.

Dans le cas où l'installation industrielle comporte plusieurs séparateurs hydrauliques, les divers séparateurs sont placés les uns à la suite des autres, selon un 25 système en cascade fonctionnant avec des suspensions stables ayant chacune un seuil de densité "ds" précis, dans un ordre croissant ou décroissant des densités.

Dans la conduite du procédé selon l'invention, la densité 30 seuil "ds" de la suspension aqueuse de séparation fine est contrôlée en continu par des moyens de mesure appropriés et soumise à correction dès lors qu'une dérive est perçue.

Pour ce faire, chaque séparateur hydraulique est piloté 35 quant à la densité du milieu dense qu'il contient au moyen de deux électrovannes s'ouvrant chacune sur deux circuits connectés à deux réservoirs. L'un des réservoirs contient

une suspension « mère » concentrée à environ 60% en particules pulvérulentes, maintenue sous agitation, et/ou stabilisée par un agent hydrosoluble de stabilisation, permettant d'introduire une quantité déterminée de la suspension mère qui corrige vers le haut toute dérive vers un abaissement de la densité du milieu dense de séparation fine.

L'autre réservoir contient de l'eau permettant 10 d'introduire une quantité déterminée qui corrige vers le bas toute dérive vers une augmentation de la densité du milieu dense de séparation fine.

La mesure de la densité du milieu dense de chaque 15 séparateur hydraulique se fait en continu par des appareils de mesure adaptés qui déclenchent l'ouverture de l'une ou l'autre des électrovannes puis la fermeture dès lors que le niveau de densité seuil "ds" est atteint.

20 La conduite du procédé et la récupération des flux séparés se font alors qu'une stabilisation dynamique de chaque suspension de séparation selective est réalisée dans chaque séparateur hydraulique par l'un et/ou l'autre des moyens de stabilisation que sont l'agitation au moyen d'un 25 mobile d'agitation, par une recirculation interne de la suspension au moyen d'un mobile d'agitation, par une recirculation externe de la suspension par prélèvement de ladite suspension au fond dudit séparateur et réinjection dans la partie supérieure.

30 Les séparateurs hydrauliques ont des capacités de séparation de l'ordre de 1 à 10 tonnes à l'heure et opèrent en continu. Ils peuvent toutefois opérer par campagne, permettant alors de changer les valeurs des 35 densités de coupure et de ne pas avoir impérativement besoin d'une cascade de plus de 3 ou 4 séparateurs hydrauliques. Dans ce cas, le milieu dense est fabriqué

sur mesure pour chaque séparateur au regard de la campagne de séparation à mener.

Exemple 1 : (conforme à la figure 1)

5

Sur un site de broyage industriel de matériels électroménagers en fin de vie et après la séparation de la majeure partie des divers métaux à récupérer, un flux de - 21,88 tonnes de matériaux valorisables issus de cette 10 séparation formé d'un mélange de polymères de synthèse usagés à valoriser et de matériaux contaminants à éliminer est soumis à une phase de préconcentration afin de sélectionner dans ce mélange de matériaux polymères usagés à valoriser les matériaux polymères usagés à valoriser 15 appartenant à l'intervalle de densité allant de 1,000 à 1,400 à traiter selon l'invention, la borne inférieure étant incluse, la borne supérieure étant exclue.

La composition du flux de matériaux entrant dans la phase 20 de préconcentration est donnée dans le tableau I ci-après.

Tableau I. :

| Matériaux | Composition et granulométrie | Teneur en % en poids |
|------------------------------|---|----------------------|
| Polymères | PE, PP, PS, ABS, PP Talc, PVC,... sous forme fragmentée | 73 % en poids |
| Caoutchouc et/ou élastomères | Tous types de joints et/ou de gainages isolants de câbles électriques | 19 % en poids |
| Métaux | Fragments de métaux ferreux mais surtout non ferreux : cuivre, aluminium... | 8 % en poids |

La préconcentration est effectuée sur le flux précité, et
 5 consiste à traiter le mélange des matériaux issus de broyage se présentant sous une forme fragmentée, pour en éliminer au moins pour partie les matériaux contaminant les matériaux valorisables. Ledit mélange à traiter comprenant :

10 ✓ Une fraction de matériaux valorisables, qui sont des matériaux polymères de synthèse non expansés, de nature et/ou de compositions et/ou de facteurs de forme multiples, se présentant sous l'aspect de fragments allant d'un état rigide à un état souple,

15 ✓ Des fractions de matériaux contaminants formés de matériaux métalliques et/ou de matériaux organiques autres que les matériaux polymères non expansés et/ou des matériaux polymères de synthèse dans un état expansé, comporte les étapes suivantes de traitement :

a) Une première étape de séparation mécanique en (A) par criblage et/ou facteur de forme pour extraire au moins pour partie du mélange des matériaux fragmentés, la fraction des matériaux contaminants.

5 Les mailles de crible étaient de 0-4 mm et on a retiré 0,02 tonnes de matériaux contaminants représentant 0,09 % en poids du flux entrant.

b) Une étape de séparation aéraulique, par flux gazeux, comportant une entrée du mélange de matériaux provenant de l'étape a) et trois sorties pour l'extraction de fractions de matériaux séparés dont la première fraction (b_1) consiste en une fraction de matériaux polymères de synthèse ultra légers et/ou expansés, la deuxième fraction (b_2) consiste en une fraction de matériaux lourds présents dans le mélange et la troisième fraction (b_3) consiste en une fraction des matériaux polymères de synthèse à valoriser se présentant sous une forme fragmentée allant d'un état rigide à un état souple. Pour ce faire, le flux de matériaux provenant de l'étape a), débarrassé au moins pour partie de la fraction des matériaux contaminants, a été soumise à une séparation par tri aéraulique dans deux séparateurs (B) et (C) couplés.

Dans le premier séparateur aéraulique (B), la fraction (b_1) représentant 0,48 tonnes de matériaux dits légers a été traitée par aspiration et les fractions b_2 et b_3 extraites par le fond du séparateur aéraulique (B) et représentant 21,38 tonnes de matériaux dits lourds ont été recueillies pour être traitées dans le séparateur aéraulique (C). La fraction (b_1) représente 2,19 % en poids de légers éliminés.

29

Le mélange des fractions $(b_2) + (b_3)$ représente 97,71 % en poids de matériaux lourds.

5

Le mélange des fractions (b_2) et (b_3) représentant 21,38 tonnes a été introduit dans le deuxième séparateur de tri aéraulique (C). La fraction (b_2) constituée de matériaux contaminants tels que des métaux,... représentant une masse de 5,2 tonnes, est extraite par le fond du séparateur aéraulique (C).

10

La fraction (b_3) , également extraite du séparateur (C), constituée des matériaux polymères valorisables représente une masse de 16,18 tonnes, soit 73,95 % en poids par rapport à la masse du flux introduit à préconcentrer.

15

20

c) Une étape de broyage de la fraction (b_3) des matériaux polymères à valoriser provenant de l'étape b), à la maille de libération des matériaux contaminants inclus, adhérant ou assemblés aux fragments de la fraction des matériaux polymères à valoriser. Cette étape de broyage est effectuée dans la zone (E), le broyage se pratiquant sur une grille de 25 mm.

25

30

35

d) Une seconde étape de séparation aéraulique par flux gazeux dans la zone (G/H) de la fraction des matériaux polymères de synthèse à valoriser provenant de l'étape c) de broyage pour en éliminer au moins pour partie la fraction des matériaux contaminants libérés lors du broyage et en extraire la fraction des matériaux valorisables constituant le mélange souhaité, pré-concentré en matériaux valorisables, contenant encore des contaminants. Cette zone de séparation aéraulique, qui comporte non seulement une séparation par flux gazeux mais également un moyen de criblage est formée par un

dispositif de séparation modulaire commercialisé par la société WESTRUP par exemple.

De cette zone (G/H) de séparation aéraulique et de 5 criblage :

- ✓ Une fraction (d_3) représentant 15,8 tonnes de matériaux polymères de synthèse valorisables, essentiellement des thermoplastiques et un peu de 10 thermodurcissables, a été extraite sous forme de paillettes, de plaquettes et autres broyats représentant 72,2 % en poids de la masse totale du flux entrant dans la préconcentration,
- ✓ Une fraction (d_2) représentant 0,06 tonnes de 15 matériaux contaminants lourds formée de métaux et de morceaux de fils électriques a été éliminée par criblage, représentant 0,27 % en poids de la masse totale du flux entrant dans la préconcentration,
- ✓ Une fraction (d_1) représentant 0,32 tonnes de 20 matériaux également valorisables a été séparée par aspiration comprenant des mousses résiduelles de polymères, des caoutchoucs fins, des matériaux polymères thermoplastiques et thermodurcissables, sous forme de poudre de paillettes, de plaquettes, 25 représentant 1,46 % en poids de la masse totale du flux entrant dans la préconcentration,

La fraction d_3 , mélange de polymères de synthèse usagés valorisables sortant de l'étape d) mais de densités 30 éminemment variables comprises dans un intervalle de 0,900 à 1,400 est soumise à un traitement de séparation par densité en milieu aqueux, dans la zone (J), à un seuil de densité $d_s \geq 1,2$ pour effectuer une première sélection par densité.

Cette séparation est réalisée par flottation au seuil de densité choisi 1,2 dans un milieu dense formé d'une suspension aqueuse de CaCO_3 pulvérulent dispersé dans la phase aqueuse et stabilisée à la valeur $ds=1,2$ au moyen 5 d'une recirculation de la suspension, prélevée au fond du séparateur et réinjectée près de la surface à raison d'un débit de recirculation de $15\text{m}^3/\text{h}$.

Le milieu dense de séparation comporte :

10

- ✓ une phase aqueuse ayant une conductivité de 5,9 ms et un pH de 7,42
- ✓ du carbonate de calcium pulvérulent dont la dimension diamétrale médiane est de 1 μm et dont la coupe granulométrique est de 5 μm (OMYALITE 90 commercialisée par la société OMYA), à raison de 15 362g/litre
- ✓ la stabilisation de la suspension séparative est acquise par une recirculation de la suspension de carbonate de calcium à raison de $15 \text{ m}^3/\text{h}$, la capacité utile du séparateur hydraulique étant de 5 m^3 . 20

Cette séparation au seuil de densité $ds=1,2$ conduit à l'obtention de deux fractions :

25

- ✓ une première fraction e_1 de densité inférieure à 1,2, représentant 14,52 tonnes de matériaux valorisables (66,36 % en poids du flux entrant), contenant en particulier les polyéthylène (PE), polypropylène (PP), polystyrène choc et/ou cristal ignifugé ou non (PS), copolymère acrylonitrile-butadiene-styrène (ABS) ignifugé ou non, polypropylène chargé de 5% à 40% en poids de talc, et autres matériaux polymères et 30
- ✓ une autre fraction e_2 de densité supérieure ou égale à 1,2, représentant 1,28 tonnes de matériaux 35

valorisables (5,85 % en poids du flux entrant), se présentant sous la forme d'un mélange comprenant du chlorure de polyvinyle, du polyester insaturé chargé, les polyuréthanes chargés ou autres.

5

La fraction e_1 , mélange de polymères usagés à valoriser sortant de l'étape (J), est soumise à un traitement de séparation par densité en milieu aqueux, dans la zone (L), au seuil de densité $ds=1,000$, pour en extraire un flux surnageant (f_1) qui est un mélange de (PE) et (PP) et un flux coulant (f_2) comprenant les autres polymères usagés à valoriser.

Le flux surnageant (f_1), qui représente 3,398 T (23,40% en poids de la fraction (e_1)), est soumis à un traitement de séparation par densité en un milieu hydro-alcoolique (eau et isopropanol) au seuil de densité précis $ds=0,930$ permettant de récupérer :

20 - la totalité du polypropylène présent (2,140 T) qui surnage, représentant 14,74% en poids de la fraction e_1
 - la totalité du polyéthylène présent (1,257 T) qui coule, représentant 8,66% en poids de la fraction e_1 ,

25 ces deux matériaux polymères usagés, finement séparés, étant directement valorisables sous la forme de granulés obtenus par leur extension.

Le flux coulant (f_2) qui représente 11,122 T (76,60% en poids de la fraction (e_1)), formé d'un mélange de polystyrène cristal et/ou choc ignifugé ou non, sans charge, d'un copolymère d'acrylonitrile-butadiene-styrène non chargé mais pour certaines fractions ignifugé et de polypropylène chargé de talc de 5% à 40% constitue la fraction des matériaux polymères usagés, dont les densités sont comprises dans l'intervalle 1,000 à 1,199, bornes comprises, et qui sont à séparer selon l'invention.

La fraction f_2 , mélange de polymères de synthèse usagés valorisables sortant du séparateur (L) est soumise à un traitement de séparation par densité en milieu aqueux, 5 dans la zone (N), à un seuil de densité "ds"=1,100.

Cette séparation est réalisée par densité au seuil de densité choisi 1,100 dans un milieu dense formé d'une suspension aqueuse de CaCO_3 pulvérulent dispersé dans la 10 phase aqueuse et stabilisée à la valeur $ds=1,100$ au moyen d'une recirculation de la suspension par pompe à raison de 15 m^3/h .

Le milieu dense de séparation comporte :

15 ✓ une phase aqueuse ayant une conductivité de 5,9 ms et un pH de 7,42

✓ du carbonate de calcium pulvérulent dont la dimension diamétrale médiane est de 1 μm et dont la coupe granulométrique est de 5 μm (OMYALITE 90 20 commercialisée par la société OMYA), à raison de 187.7g/litre et est stabilisé par la recirculation de la suspension par son prélèvement au fond du séparateur et sa réinjection hydraulique proche de la surface et ce, à 25 raison d'un débit de recirculation de 15 m^3/h .

Cette séparation au seuil de densité $ds=1,100$ conduit à l'obtention de deux fractions :

30 ✓ une première fraction g_1 de densité inférieure à 1,100, représentant 10,742 tonnes de matériaux valorisables (49,19 % en poids du flux entrant), contenant en particulier du polystyrène (PS), 35 copolymère acrylonitrile-butadiene-styrène (ABS), polypropylène chargé talc, et autres matériaux polymères et

✓ une autre fraction g_2 de densité supérieure ou égale à 1,100, représentant 0,38 tonnes de matériaux valorisables (1,74 % en poids du flux entrant), se présentant sous la forme d'un mélange comprenant du polycarbonate (PC), du polypropylène (PP) chargé talc (30 à 40% de talc), du chlorure de polyvinyl (PVC), des polyméthyl méthacrylate (PMMA), des polyuréthanes (PU) chargés, ou autres.

10

Le flux g_1 est en fait formé :

- d'un mélange de polystyrènes cristal ou choc, traités ou non pour les rendre ignifugés et/ou adjuvantés au moyen de divers agents connus. C'est pourquoi l'intervalle des densités de ces divers polystyrènes est compris entre 1,000 et 1,080.
- d'un mélange copolymères acrylonitrile-butadiene-styrène, dont la densité vraie est déterminée par les quantités relatives des trois monomères mis en œuvre, par des adjuventations éventuelles et par les traitements d'ignifugation expliquant l'intervalle des densités de ces divers ABS qui est compris entre 1,000 et également 1,080.
- d'un mélange de polypropylène chargé en talc dont la teneur en % en poids de talc peut évoluer de 5% à 20%. C'est pourquoi, l'intervalle de densité du polypropylène chargé talc est aussi compris entre 1,000 et 1,080.

35 Ce flux g_1 est, dès lors, soumis à une séparation dans la zone (P) par classe de densité croissante au moyen d'un milieu dense de séparation se composant :

- d'une phase aqueuse ayant une conductivité de 5,7 ms et un pH de 7,53,
- de carbonate de calcium pulvérulent de dimension diamétrale médiane de 1 µm et dont la coupe granulométrique est de 5 µm (OMYALITE 90 commercialisée par la société OMYA) dont les quantités pondérales pour chaque densité sont exprimées dans le tableau II suivant,
- du moyen dynamique de stabilisation par recirculation d'un volume de suspension, à raison d'un débit de 15 m³/h.

Pour ce faire et dans chaque classe de densité connue représentée dans le tableau II, la phase surnageante est récupérée et analysée, et la phase plongeante est recueillie puis soumise à une densité supérieure à la précédente en donnant pour chaque classe une phase surnageante analysée et une phase plongeante soumise à son tour à une densité supérieure.

Tableau II : Traitement du flux gl

| Densité ds établie comme seuil de séparation | C _a CO ₃ en g/l pulvérulent pour créer ds | Limites de chaque classe de densité | Moyen de stabilisation: débit en m ³ /h | % en poids dans chaque classe | | |
|--|---|-------------------------------------|--|-------------------------------|-----------------|-----------------|
| | | | | De PS | d'ABS | de PP talc |
| 1,020 | 32,30 | [1,000 à 1,020[| 15 | 1,10% | 0,30% | 5,15% |
| 1,042 | 68,75 | [1,020 à 1,042[| 15 | 22,00% | 0,10% | 16,40% |
| 1,050 | 82,20 | [1,042 à 1,050[| 15 | 36,20% | 1,30% | 18,50% |
| 1,053 | 87,30 | [1,050 à 1,053[| 15 | 10,20% | 3,10% | 7,95% |
| 1,055 | 90,70 | [1,053 à 1,055[| 15 | 8,10% | 5,40% | 2,90% |
| 1,058 | 95,80 | [1,055 à 1,058[| 15 | 3,50% | 6,50% | 5,50% |
| 1,060 | 99,20 | [1,058 à 1,060[| 15 | 9,30% | 14,60% | 7,60% |
| 1,065 | 107,80 | [1,060 à 1,065[| 15 | 6,10% | 17,30% | 9,10% |
| 1,070 | 116,50 | [1,065 à 1,070[| 15 | 2,50% | 25,60% | 9,00% |
| 1,080 | 134,00 | [1,070 à 1,080[| 15 | 1,00% | 24,60% | 17,50% |
| 1,090 | 151,70 | [1,080 à 1,090[| 15 | 0% | 1,10% | 0,30% |
| 1,100 | 169,50 | [1,090 à 1,100[| 15 | 0% | 0,10% | 0,10% |
| TOTAL | | | | 100,00 % | 100,00 % | 100,00 % |

Des quantités de CaCO_3 mises en œuvre dans chaque classe de densité sont déterminées par la mesure de la densité et peuvent varier selon la pureté du CaCO_3 mis en œuvre.

5 Comme le tableau II le montre,

- le PS est majoritairement présent dans l'intervalle de densité [1,020-1,055[, constituante un premier groupe relatif au PS cristal, mais un deuxième groupe de densité se manifeste dans l'intervalle [1,055-1,070[qui est relatif au PS choc, sans oublier que certains PS présents sont vraisemblablement ignifugés. Ces diverses classes de densité sont statistiquement justifiées par la présence de plusieurs familles de PS dans ce polymère usagé à valoriser.
- L'ABS est également distribué dans plusieurs classes de densité, mais sa présence est majoritaire dans l'intervalle de densité [1,058-1,080[. Dans le cas de l'ABS, il apparaît également une distribution large des densités en raison de la présence de plusieurs types d'ABS dont les compositions peuvent varier par les quantités relatives de leurs monomères et également par la présence d'agents d'ignifugation.
- Le PP talc est aussi distribué dans plusieurs classes par des variations importantes de densité en raison de la présence de la charge de talc qui peut varier de 5% en poids à 20% en poids.

Pour réaliser la séparation effective du PS, de l'ABS et du PP.talc présents dans une même classe de densité, le mélange des matériaux polymères usagés à valoriser extrait de chaque classe de densité du tableau II, est soumis à 5 une nouvelle séparation par densité croissante ou décroissante dans la zone de séparation (R) au moyen d'un milieu dense de séparation se composant :

- D'une phase aqueuse ayant une conductivité de
10 6,8 ms et un pH de 8,1,
- De carbonate de calcium pulvérulent de dimension diamétrale médiane de 1 μm et dont la coupe granulométrique est de 5 μm (OMYALITE 90® commercialisée par la société OMYA) et dont les 15 quantités pondérales sont exprimées dans le tableau III suivant,
- Du moyen dynamique de stabilisation par recirculation d'un volume de suspension, à raison d'un débit de 15 m^3/h .

20

A titre d'exemple, deux classes seulement de séparation par densité, issues du tableau II, sont sélectionnées et traitées conformément à l'invention, pour illustrer la capacité du procédé de séparation selective pour 25 l'établissement de suspensions séparatives stables et invariantes en densité, quand est créé le niveau de densité "ds" choisi comme seuil de séparation des divers matériaux polymères usagés à séparer, le niveau de précision de la densité pouvant atteindre en valeur 30 absolue |0,001|, c'est-à-dire pouvant atteindre autour de la valeur "ds" choisie une précision par rapport à cette valeur "ds" de $\pm 0,0005$.

Il est toutefois rappelé que des polymères usagés de 35 nature chimique différente mais de densité exactement identique ne sont pas séparables par le procédé de

l'invention et nécessitent d'autres moyens de séparation basés sur d'autres critères.

Les deux classes de densité issues du tableau II, et
5 traitées selon le procédé de l'invention sont les suivantes :

[1,042 à 1,050[

et [1,065 à 1,070[

10 Pour ce faire et dans chaque classe de densité connue représentée dans le tableau III, la phase surnageante est récupérée et analysée, et la phase plongeante est recueillie puis soumise à une densité supérieure à la précédente en donnant pour chaque classe une phase 15 surnageante analysée et une phase plongeante soumise à son tour à une densité supérieure.

Cette séparation très selective a donné, pour chaque classe, les résultats consignés classe par classe dans le
20 Tableau III suivant :

Tableau III : Traitement de deux classes de densité,
issues du flux g1.

| Densité ds établie comme seuil de séparation | CaCO ₃ en g/l pulvérulent pour créer ds | Limites de chaque classe de densité | % en poids dans chaque classe | | |
|--|---|---|----------------------------------|-------|---------------|
| | | | De PS | d'ABS | de PP talc |
| 1,043 | 70,40 | [1,042-1,043[| 0 | 0 | 0,32 |
| 1,044 | 72,80 | [1,043-1,044[| 0 | 0 | 0,35 |
| 1,045 | 74,50 | [1,044-1,045[| 0 | 0 | 0,52 |
| 1,046 | 76,20 | [1,045-1,046[| 0 | 0 | 0,49 |
| 1,047 | 77,20 | [1,046-1,047[| 0 | 0 | 0,32 |
| 1,048 | 78,80 | [1,047-1,048[| 0 | 0 | 0,55 |
| 1,049 | 80,50 | [1,048-1,049[| 6,5 | 0 | 4 |
| 1,050 | 82,20 | [1,049-1,050[| 15,5 | 0,1 | 9,85 |
| 1,066 | 109,60 | [1,065-1,066[| 0,92 | 0,08 | 6,67 |
| 1,067 | 111,30 | [1,066-1,067[| 0,75 | 0,28 | 0,85 |
| 1,068 | 113,00 | [1,067-1,068[| 1,05 | 0,78 | 0,69 |
| 1,069 | 114,70 | [1,068-1,069[| 2,14 | 5,8 | 0,52 |
| 1,070 | 116,50 | [1,069-1,070[| 1,24 | 10,36 | 0,37 |

- Comme le Tableau III le révèle, le procédé selon l'invention assure une excellente maîtrise dans la

séparation sélective par densité des matériaux polymères présents, la sensibilité de la densité de séparation atteignant $\pm 0,0005$ par rapport au seuil de densité choisi « ds ».

5 - Toutefois, des matériaux polymères de même densité mais de composition différente sont présents dans le mélange industriel initial traité dans cet exemple de telle sorte que d'autres moyens de séparation doivent être mis en œuvre pour séparer dans chaque fraction, de polymères de
10 densité identique, chaque type de polymère présent.

L'autre fraction g2 de densité supérieure à 1,100 représentant 0,38 tonnes de matériaux valorisables comprenant un mélange de polycarbonate (PC), du polypropylène (PP) chargé talc, du chlorure de polyvinyle
15 (PVC), des polyméthylméthacrylate (PMMA), des polyuréthanes (PU) chargés, est traitée, selon le même principe que la fraction g1, dans les zones de séparation (Q) et (S), non décrites.

20 **Exemple 2 :** (conforme à la figure 2)

Sur un site de broyage industriel de véhicules automobiles en fin de vie et après la séparation de la majeure partie des divers métaux à récupérer, un flux de 26,820 tonnes de matériaux valorisables issus de cette séparation, formé d'un mélange de polymères de synthèse usagés à valoriser et de matériaux contaminants à éliminer est soumis à une phase de préconcentration comme décrit dans l'exemple 1 afin de sélectionner dans ce mélange de matériaux polymères usagés des matériaux polymères usagés à valoriser appartenant à l'intervalle de densité allant de 1,000 à 1,600 à traiter selon l'invention, la borne inférieure étant incluse, la borne supérieure étant exclue, afin de permettre la récupération du chlorure de
30 polyvinyle (PVC).
35

La composition du flux de matériaux entrant dans la phase de préconcentration est donnée dans le tableau IV ci-après.

5 Tableau IV :

| Matériaux | Composition et granulométrie | Teneur en % en poids |
|------------------------------|--|----------------------|
| Polymères | PE, PP, PS, ABS, PP Talc, PVC,... sous forme fragmentée | 43% en poids |
| Caoutchouc et/ou élastomères | Tous types de joints et/ou de gainages isolants de câbles électriques, pneumatiques, ... | 48% en poids |
| Métaux | Fragments de métaux ferreux mais surtout non ferreux : cuivre, aluminium... | 9% en poids |

La préconcentration est effectuée sur le flux précité, et consiste à traiter le mélange des matériaux issus de 10 broyage se présentant sous une forme fragmentée, pour en éliminer au moins pour partie les matériaux contaminant les matériaux valorisables. Ledit mélange à traiter comprenant :

15 ✓ Une fraction de matériaux valorisables, qui sont des matériaux polymères de synthèse non expansés, de nature et/ou de compositions et/ou de facteurs de forme multiples, se présentant sous l'aspect de fragments allant d'un état rigide à un état souple,

✓ Des fractions de matériaux contaminants formés de matériaux métalliques et/ou de matériaux organiques autres que les matériaux polymères non expansés et/ou des matériaux polymères de synthèse dans un état expansé, comporte les étapes de traitement telles que décrites dans l'exemple 1 :

a) Une première étape de séparation mécanique en (A) par criblage et/ou facteur de forme pour extraire au moins une partie du mélange des matériaux fragmentés, la fraction des matériaux contaminants. Les mailles de crible étaient de 0-4 mm et on a retiré 0,228 tonnes de matériaux contaminants représentant 0,85% en poids du flux entrant.

b) Une étape de séparation aéraulique, par flux gazeux, du mélange de matériaux provenant de l'étape a) dans deux séparateurs aérauliques (B) et (C) couplés. Dans le premier séparateur aéraulique (B), la fraction (b_1) représentant 0,483 tonnes de matériaux dits légers a été traitée par aspiration et les fractions b_2 et b_3 extraites par le fond du séparateur aéraulique (B) et représentant 26,109 tonnes de matériaux dits lourds ont été recueillies pour être traitées dans le séparateur aéraulique (C). La fraction (b_1) représente 1,80 % en poids de légers éliminés.

Le mélange des fractions $(b_2) + (b_3)$ représente 97,35 % en poids de matériaux lourds.

Le mélange des fractions (b_2) et (b_3) représentant 26,109 tonnes a été introduit dans le deuxième séparateur de tri aéraulique (C). La fraction (b_2) constituée de matériaux contaminants tels que des métaux,... représentant

une masse de 14,550 tonnes, est extraite par le fond du séparateur aéraulique (C), soit 54,25% de la masse entrante.

La fraction (b₃), également extraite du séparateur (C), constituée des matériaux polymères valorisables représente une masse de - 11,559 tonnes, soit 43,10 % en poids par rapport à la masse du flux introduit à préconcentrer.

c) Une étape de broyage dans la zone (E) sur grille de 25 mm de la fraction (b₃) des matériaux polymères à valoriser provenant de l'étape b), à la maille de libération des matériaux contaminants inclus, adhérant ou assemblés aux fragments de la fraction des matériaux polymères à valoriser.

d) Une seconde étape de séparation aéraulique par flux gazeux dans la zone (G/H) de la fraction des matériaux polymères de synthèse à valoriser provenant de l'étape c) de broyage. Cette zone de séparation aéraulique comporte non seulement une séparation par flux gazeux mais également un moyen de criblage (par exemple dispositif de séparation modulaire de la société WESTRUP).

De cette zone de séparation aéraulique et de criblage (H) :

✓ Une fraction (d₁) représentant 5,900 tonnes de matériaux également valorisables a été séparée par aspiration comprenant des mousses résiduelles de polymères, des caoutchoucs fins, des matériaux polymères thermoplastiques et thermodurcissables, sous forme de poudre de paillettes, de plaquettes, représentant 22,00 % en poids de la masse totale du flux entrant dans la préconcentration,

- ✓ Une fraction (d_2) représentant 0,122 tonnes de matériaux contaminants lourds formée de métaux et de morceaux de fils électriques, et autres, a été éliminée par criblage, représentant 0,46 % en poids de la masse totale du flux entrant dans la préconcentration,
- ✓ Une fraction (d_3) représentant 5,537 tonnes de matériaux polymères de synthèse valorisables, essentiellement des thermoplastiques et un peu de thermodurcissables, a été extraite sous forme de paillettes, de plaquettes et autres broyats représentant 20,65 % en poids de la masse totale du flux entrant dans la préconcentration,

15 La fraction d_3 , mélange de polymères de synthèse usagés valorisables sortant de l'étape d) mais de densités éminemment variables comprises dans un intervalle de 0,900 à 1,600 est soumise à un traitement de séparation par densité en milieu aqueux, dans la zone (J), à un seuil de densité $ds \geq 1,500$ pour effectuer une première sélection par densité.

20

Cette séparation est réalisée par densité au seuil de densité choisi 1,500 dans un milieu dense formé d'une suspension aqueuse de CaCO_3 pulvérulent dispersé dans la phase aqueuse et stabilisée à la valeur $ds=1,5$ par une recirculation de ladite suspension aqueuse à raison de 15 m^3/h , la capacité utile du séparateur hydraulique étant de 5 m^3 .

30

Le milieu dense de séparation se compose :

- ✓ D'une phase aqueuse ayant une conductivité de 6,0 ms et un pH de 7,50,
- 35 ✓ De carbonate de calcium pulvérulent dont la dimension diamétrale médiane est de 1 μm et dont la coupe

granulométrique est de 5 μm (OMYALITE 90® commercialisée par la société OMYA), à raison de 1132 g/litre.

5 Cette séparation au seuil de densité $ds=1,5$ conduit à l'obtention de deux fractions :

- ✓ une première fraction e_1 de densité inférieure à 1,5, représentant 4,983 tonnes de matériaux valorisables (18,58 % en poids du flux entrant), contenant en particulier les polyéthylène (PE), polypropylène (PP), polystyrène choc et/ou cristal ignifugé ou non (PS), copolymère acrylonitrile-butadiene-styrène (ABS) non chargé ignifugé ou non, polypropylène chargé de 5% à 40% en poids de talc, des chlorures de polyvinyles (PVC) non chargés et autres
- ✓ une autre fraction e_2 de densité supérieure ou égale à 1,5, représentant 0,554 tonnes de matériaux valorisables (2,06 % en poids du flux entrant), se présentant sous la forme d'un mélange comprenant chlorure de polyvinyle chargé, les polyuréthanes chargés ou autres.

25 La fraction e_1 , mélange de polymères usagés à valoriser sortant de l'étape (J), est soumise à un traitement de séparation par densité en milieu aqueux, dans la zone (L), au seuil de densité $ds=1,000$, pour en extraire un flux surnageant (f_1) qui est un mélange de (PE) et (PP) et un flux coulant (f_2) comprenant les autres polymères usagés à valoriser.

30 Le flux surnageant (f_1) qui représente 2,199 T soit 8,2 % en poids de la fraction (e_1) est soumis à un traitement de séparation par densité en un milieu hydroalcoolique (eau et isopropanol) :

- au seuil de densité précis $ds=0,930$ permettant de récupérer :

- la totalité du polypropylène présent qui surnage représentant 28,68 % en poids de la fraction e_1 (1,429 T),

5 - la totalité du polyéthylène présent qui coule représentant 15,45 % en poids de la fraction e_1 (0,770 T), les deux matériaux polymères usagés finement réparés étant directement valorisables sous forme de granulés par leur extrusion.

10 Le flux coulant (f_2) qui représente 2,784 T soit 55,87 % en poids de la fraction (e_1), formé d'un mélange de polystyrène cristal et/ou choc ignifugé ou non, sans charge, d'un copolymère d'acrylonitrile-butadiene-styrène 15 non chargé mais pour certaines fractions ignifugé, des chlorures de polyvinyle non chargés, et de polypropylène chargé de talc de 5% à 40% constitue la fraction des matériaux polymères usagés, dont les densités sont comprises dans l'intervalle 1,000 à 1,500, bornes comprises, et qui sont à séparer selon l'invention.

20 La fraction f_2 , mélange de polymères de synthèse usagés valorisables sortant du séparateur (L) est soumise à un traitement de séparation par densité en milieu aqueux, 25 dans la zone (N), à un seuil de densité " $ds=1,100$ ", pour écarter et recueillir une partie des PS, ABS et PP talc.

Cette séparation est réalisée par densité au seuil de densité choisi 1,100 dans un milieu dense formé d'une 30 suspension aqueuse de C_aCO_3 pulvérulent dispersé dans la phase aqueuse et stabilisée à la valeur $ds=1,100$ au moyen de la recirculation de ladite suspension selon un débit de 15 m^3/h (capacité utile du séparateur hydraulique : 5 m^3).

35 Le milieu dense de séparation se compose :

- ✓ D'une phase aqueuse ayant une conductivité de 6 ms et un pH de 7,5
- ✓ De carbonate de calcium pulvérulent dont la dimension diamétrale médiane est de 1 μm et dont la coupe granulométrique est de 5 μm (OMYALITE 90® commercialisée par la société OMYA), à raison de 169,5 g/litre.

5 Cette séparation au seuil de densité $ds=1,100$ conduit à 10 l'obtention de deux fractions :

- ✓ une première fraction g_1 de densité inférieure à 1,100, représentant 1,824 tonnes de matériaux valorisables (6,99 % en poids du flux entrant), 15 contenant en particulier du polystyrène (PS), copolymère acrylonitrile-butadiene-styrène (ABS), polypropylène chargé talc, et autres matériaux polymères qui est traitée conformément au traitement pratiqué dans l'exemple 1, pour cette fraction dans 20 les séries de séparation (P) et (R) et
- ✓ une autre fraction g_2 de densité supérieure ou égale à 1,100, représentant 0,960 tonnes de matériaux valorisables (3,58 % en poids du flux entrant), se 25 présentant sous la forme d'un mélange comprenant du polyvinylchlorure (PVC), du polypropylène chargé talc (charge supérieure à 20% en poids), du polystyrène et un copolymère d'acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS) chargés et/ou ignifugés, du polyuréthane (PU) chargé, 30 du polyéthylène (PE) chargé, et autres qui est traitée en vue de valoriser chacun des polymères et plus particulièrement le PVC.

Le flux g_2 est en fait essentiellement constitué de PVC. 35 Ce flux g_2 est dès lors introduit dans la série de séparateurs (Q) par classes de densité créées dans

l'intervalle [1,100 à 1,500[, où il est soumis à une séparation par classe de densité croissante au moyen d'un milieu dense de séparation se composant :

5 - d'une phase aqueuse ayant une conductivité de 6 ms et un pH de 7,5,

10 - de carbonate de calcium pulvérulent de dimension diamétrale médiane de 1 µm et dont la coupe granulométrique est de 5 µm (OMYALITE 90® commercialisée par la société OMYA) dont les quantités pondérales pour chaque densité sont exprimées dans le tableau V suivant.

Pour ce faire et dans chaque classe de densité connue
15 représentée dans le tableau V, la phase surnageante est récupérée et analysée, et la phase plongeante est récueillie puis soumise à une densité supérieure à la précédente en donnant pour chaque classe une phase surnageante analysée et une phase plongeante soumise à son tour à une densité supérieure.

Tableau V :

| Densité ds établie comme seuil de séparation | CaCO ₃ en g/l pulvérulent pour créer ds | Limites de chaque classe de densité | % en poids dans chaque classe | Répartition des polymères dans chaque classe | | | | | | | |
|---|--|--|---|---|-------|------------|-------|-------|--------|------|--|
| | | | | PS | ABS | PP talc | PP | PE | Autres | PVC | |
| 1,000 | 0,00 | <1,000 [1,000- 1,100[| 44,13% | 0 | 0 | 0 | 29,13 | 15,00 | 0 | 0 | |
| 1,100 | 169,5 | [1,100- 1,350[| 36,59% 10,10% | 20,49 | 9,88 | 6,22 | 0 | 0 | 0 | 0 | |
| 1,350 | 700,0 | [1,350- 1,400[| 1,10% | 0,66 | 2,12 | 3,86 | 0 | 0 | 3,06 | 0,40 | |
| 1,400 | 834,5 | [1,400- 1,450[| 1,30% | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0,78 | 0,52 | |
| 1,450 | 977,0 | >1,450 | 6,78% | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4,41 | 2,37 | |
| TOTAL | | | 100,00% | 21,15 | 12,00 | 10,08 | 29,13 | 15,00 | 9,20 | 3,44 | |

5 - Comme le Tableau V le révèle, le procédé de l'invention assure une excellente maîtrise dans la séparation sélective par densité des matériaux polymères présents, la sensibilité de la densité de séparation atteignant \pm 0,0005 par rapport au seuil de densité choisi « ds ».

10 - Toutefois, des matériaux polymères de même densité mais de composition différente sont présents dans le mélange industriel initial traité dans cet exemple de telle sorte que d'autres moyens de séparation doivent être mis en œuvre en particulier dans la série de séparateurs (S) pour séparer chaque fraction, de polymères de densité identique, chaque type de polymère présent.

15

Exemple 3 :

Pour confirmer la capacité du procédé selon l'invention de séparation sélective en milieu liquide dense des constituants d'un mélange de matériaux organiques, de synthèses qui sont des polymères de types différents, mais pour certains très proches les uns des autres en densité, un mélange synthétique a été préparé ayant la composition en poids suivante, résumée dans le tableau VI :

10

Tableau VI :

| Polymère | Densité mesurée | <u>Mélanges synthétiques</u> | |
|--|-----------------|------------------------------|------------|
| | | Kilos Introduits | % en poids |
| Copolymère d'éthylène-propylène | 0,900 | 450 | 45 |
| Polystyrène | 1,050 | 200 | 20 |
| Copolymère d'éthylène-propylène chargé à 20% de talc | 1,060 | 150 | 15 |
| Copolymère acrylonitrile-butadiène-styrène | 1,070 | 100 | 10 |
| Polyamide 6 | 1,13 | 40 | 4 |
| Chlorure de polyvinyle | 1,38 | 60 | 6 |
| Total | | 1000 | 100% |

Ce mélange est soumis à un traitement de séparation par densité dans un milieu liquide dense formé d'une suspension aqueuse de CaCO_3 pulvérulent dispersé dans la phase aqueuse et stabilisée à la valeur de densité choisie par un moyen de stabilisation dynamique.

Le milieu dense de séparation se compose :

- D'une phase aqueuse ayant une conductivité de 6 ms et un pH de 7,5

5

- De carbonate de calcium pulvérulent dont la dimension diamétrale médiane est de 1 μm et dont la coupe granulométrique est de 5 μm (OMYALITE 90® commercialisée par la société OMYA), selon des quantités en g/l nécessaires pour créer des valeurs de densité « ds » croissantes du milieu dense, depuis la valeur initiale $ds=1,000$ jusqu'à la valeur $ds=1,200$ pour assurer la séparation sélective.

10

- La stabilisation de la suspension aqueuse de CaCO_3 pulvérulent dispersé dans la phase aqueuse, à la valeur de densité « ds » choisie est obtenue par une recirculation, sous faible agitation au moyen d'un mobile d'agitation, de 15 m³/h de ladite suspension.

15

La séparation sélective se fait, dès lors, à travers des seuils de densité « ds » croissants assurant l'obtention pour chaque seuil de densité « ds », de deux fractions polymères, l'une surnageante de densité inférieure à « ds », et l'autre plongeante de densité supérieure à « ds ». Toutes les informations relatives à ces séparations sélectives sont réunies dans le Tableau VII suivant :

20
25
30

Tableau VII :

| Densité ds établie comme seuil de séparation | CaCO ₃ pulvérulent en g/l pour créer ds | Types et quantités de polymères sélectivement séparés | % de polymères récupérés par rapport au mélange synthétique initial |
|--|--|---|---|
| 1,000 | 0,00 | 447,7 kg de copolymère (E/P) | 99,5 |
| 1,055 | 90,70 | 198,2 kg de PS | 99,1 |
| 1,065 | 107,80 | 148,8 kg de copolymère (E/P) à 20% talc | 99,2 |
| 1,075 | 125,20 | 99,0 kg de ABS | 99,0 |
| 1,200 | 361,60 | 38,8 kg de PA 6 | 97,0 |
| > 1200 | | 59,0 kg de PVC rigide | 98,3 |

5 Comme il est possible de le constater, la séparation sélective des divers polymères présents dans le mélange synthétique initial par classe de densité croissante d'une suspension aqueuse de CaCO₃ est précise et efficace, puisque chaque polymère présent dans le mélange initial
10 est extrait sélectivement pour chaque seuil de densité « ds » choisi pour ce faire, sans qu'il y ait entraînement de l'un ou l'autre polymère dans des classes voisines, chaque classe de séparation sélective ayant fonctionnée avec une excellente prévision et contenant que le seul
15 polymère sélectionné.



54

Par rapport à la masse totale du mélange synthétique initial (1000 kg), la perte de polymères au cours de la séparation selective selon le procédé de l'invention est de 8,5 kg, c'est-à-dire de 0,99% en poids.

5

10

15

20

25

30

35

Revendications

5 1. Procédé de séparation sélective de chacun des
constituants d'un mélange de matériaux organiques de
synthèse que sont les polymères et/ou copolymères, en
particulier usagés et à valoriser par recyclage, de
densité au moins égale à 1, se présentant sous une forme
10 fragmentée, consistant à effectuer leur séparation par
l'introduction dudit mélange dans un milieu liquide dense,
qui est une suspension aqueuse de particules pulvérulentes
dispersées en quantité adéquate dans une phase aqueuse,
pour créer un niveau de densité "ds" choisi comme seuil de
15 séparation des divers matériaux organiques de synthèse
fragmentés à séparer sélectivement par type, caractérisé
en ce que ladite suspension séparative est rendue
sélective, stable et invariante en densité à un niveau de
précision de $\pm 0,0005$ par rapport au seuil de densité "ds"
20 choisi pour la séparation sélective:

a) par la sélection dimensionnelle de particules
pulvérulentes dont la coupe granulométrique est d'au
plus 30 μm , préférentiellement d'au plus 20 μm , et
25 très préférentiellement d'au plus 5 μm , ces
particules solides pulvérulentes ainsi dimensionnées
étant dispersées et présentes dans une phase aqueuse
en quantité suffisante pour atteindre le seuil de
densité "ds" choisi, et
30 b) par la mise en œuvre d'au moins un moyen dynamique
de stabilisation en créant un débit circulant de
ladite suspension séparative.

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que
35 les particules pulvérulentes sont d'origine naturelle et
choisies dans le groupe des matériaux minéraux
pulvérulents constitué par les argiles appartenant aux

familles formées par le groupe des kaolinites, comprenant la kaolinite, la dickite, l'halloysite, les kaolinites désordonnées, les serpentines, le groupe des micas, en particulier la muscovite, la biotite et la paragonite, la 5 pyrophyllite et le talc, les illites et la glauconite, par le groupe des montmorillonites, en particulier le beidéllite, la stévensite, la saponite, et l'hectorite ; par le groupe des chlorites ; par le groupe des vermiculites ; par le groupe des argiles interstratifiées 10 dont la structure unitaire est une combinaison des groupes précédents ; par le groupe des argiles fibreuses, en particulier l'attapulgite (palygorskite), la sépiolite ; par le groupe formé par le carbonate de calcium (la calcite), le carbonate de magnésium, la dolomie (carbonate 15 double de calcium et de magnésium), le sulfate de calcium dihydraté (gypse), le talc, l'alumine, la silice, le dioxyde de titane, la zircone.

3. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que 20 les particules pulvérulentes sont d'origine synthétique et choisies dans le groupe constitué par les poudres de verre, le carbonate de calcium précipité, les poudres métalliques.

25 4. Procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que les particules pulvérulentes ont un diamètre médian d'au plus 5 µm et préférentiellement compris entre 1 µm à 0,005 µm.

30 5. Procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que, la phase aqueuse a une conductivité d'au plus 50 ms et préférentiellement comprise entre 0,2 ms et 40 ms.

35 6. Procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que le moyen dynamique de stabilisation est choisi dans le groupe constitué par une agitation au

moyen d'un mobile d'agitation , par une recirculation interne de la suspension au moyen du mobile d'agitation, par une recirculation externe de la suspension au moyen d'une pompe par prélèvement de la suspension dans le fond 5 du conteneur où elle se trouve et par réinjection dans la partie supérieure dudit conteneur, ou par la combinaison des moyens permettant d'associer agitation au moyen d'un mobile d'agitation et recirculation interne et/ou externe de la suspension.

10

7. Procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que le débit circulant de la suspension séparative assurant sa stabilisation dynamique est au plus $40 \text{ m}^3/\text{h}$.

15

8. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que le débit circulant de la suspension séparative est compris entre 5 et $30 \text{ m}^3/\text{h}$ et préférentiellement compris entre 5 et $15 \text{ m}^3/\text{h}$.

20

9. Procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 8 caractérisé en ce que le débit circulant de la suspension séparative est réglé sur un taux de renouvellement horaire de ladite suspension compris entre 0,5 et 4 et 25 préférentiellement compris entre 0,5 et 2.

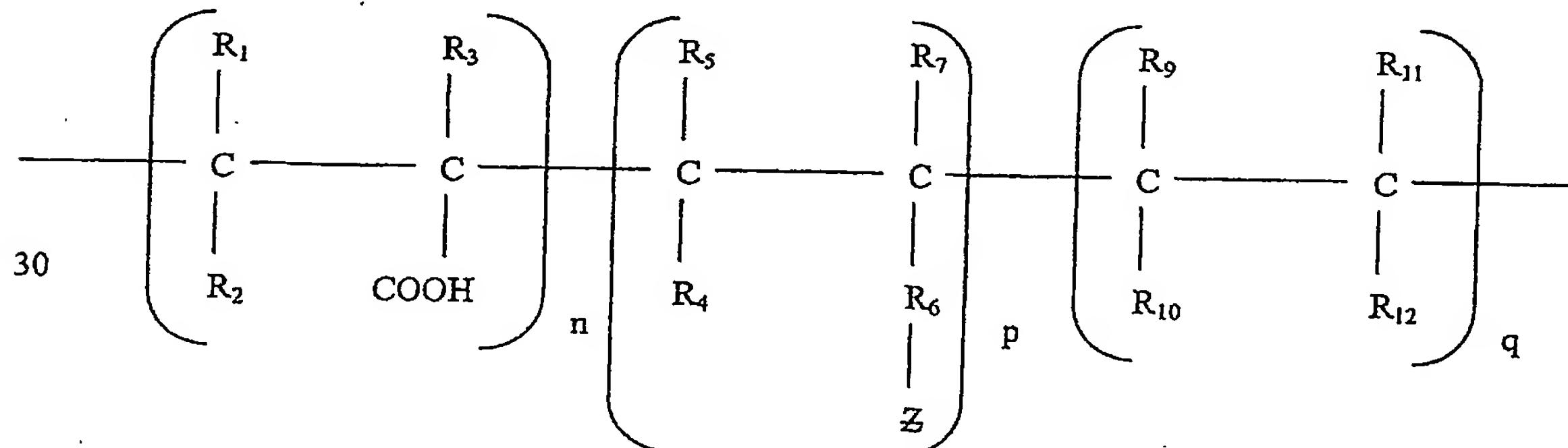
10. Procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 9 caractérisé en ce que, un agent hydrosoluble d'aide à la stabilisation des caractéristiques rhéologiques et 30 d'invariance de la densité apparente « ds » de la suspension de particules solides pulvérulentes est introduit dans ladite suspension.

11. Procédé selon la revendication 10 caractérisé en ce 35 que l'agent hydrosoluble d'aide à la stabilisation des caractéristiques rhéologiques et d'invariance de la densité apparente "ds" de la suspension de particules

solides pulvérulentes, est choisi dans le groupe constitué par les phosphates et polyphosphates, les esters alkylphosphates, alkylphosphonate, alkylsulphate, alkylsulfonate, la lignine, les lignosulfonates sous forme de sels de calcium, de sodium, de fer, de chrome, de fer et de chrome, les copolymères d'anhydride maléique et d'acide styrène sulfonique, les copolymères de méthylacrylamide et d'acide (méthyl) acrylique substitués, neutralisés, estérifiés ou non, les copolymères, d'acide méthylacrylamido-alkyl sulfonique et de (méthyl)acrylamide, les polymères hydrosolubles d'acide acrylique mis en œuvre sous la forme acide ou, éventuellement, neutralisé en tout ou en partie par des agents alcalin et/ou alcalino-terreux, par les amines et/ou salifiées par des ions monovalents et/ou polyvalents, et/ou estérifiées ou encore parmi les copolymères acryliques, hydrosolubles disposant de fonctions phosphatées, phosphonées, sulfatées, sulfonées.

20 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 et 11 caractérisé en ce que l'agent hydrosoluble de stabilisation est préférentiellement choisi parmi les copolymères acryliques hydrosolubles, répondant à la formule générale :

25



30 ✓ z est un motif de type phosphate, phosphonate, sulfate, sulfonate, ayant au moins une fonction acide libre,

35 ✓ n prend une valeur comprise entre 0 et 95,

- ✓ p prend une valeur comprise entre 95 et 5,
- ✓ q prend une valeur comprise entre 0 et 95,
- ✓ le cumul de n+p+q étant égal à 100,
- ✓ R₁ et R₂ peuvent être simultanément de l'hydrogène ou pendant que l'un est de l'hydrogène, l'autre est une fonction carboxylique estérifiée ou non par un alcool en C₁ à C₁₂,
- ✓ R₃ est de l'hydrogène ou un radical alkyl en C₁ à C₁₂,
- ✓ R₄ et R₅ sont, simultanément ou non, de l'hydrogène ou un radical alkyl en C₁ à C₁₂, un aryle substitué ou non, une fonction carboxylique estérifiée ou non par un alcool en C₁ à C₁₂,
- ✓ R₆ est un radical, qui établit le lien entre le motif Z et la chaîne polymérique, ce radical R₆ pouvant être un alkylène de formule $\text{-CH}_2\text{-}_r$ dans laquelle r peut prendre les valeurs de l'intervalle 1 à 12, un oxyde ou polyoxyde d'alkylène de formule $\text{-R}_8\text{-O-}_s$ dans laquelle R₈ est un alkylène en C₁ à C₄ et s peut prendre les valeurs de 1 à 30, ou encore une combinaison des deux formules $\text{-CH}_2\text{-}_r$ et $\text{-R}_8\text{-O-}_s$,
- ✓ R₇ est de l'hydrogène ou un radical alkyl en C₁ à C₁₂,
- ✓ R₉ et R₁₀ sont simultanément de l'hydrogène, ou pendant que l'un est de l'hydrogène, l'autre est un groupement carboxylique, un ester en C₁ à C₁₂, un alkyle en C₁ à C₁₂, un aryle en C₅ ou C₆ ou un alkylaryle,
- ✓ R₁₁ est de l'hydrogène, un groupement carboxylique, un alkyle en C₁ à C₃ ou un halogène,
- ✓ R₁₂ est un ester en C₁ à C₁₂, un amide substitué ou non, un alkyl en C₁ à C₁₂, un aryle en C₅ ou C₆, un alkylaryle, un halogène, un groupement carboxylique ou encore un groupement alkyle ou aryle, phosphaté, phosphoré, sulfaté, sulfoné.

13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que dans le motif Z, les fonctions acides non libres sont occupées par un cation, un groupement ammonium, une amine, un alkyle en C₁ à C₃, un aryle en C₃ à C₆ substitué ou non, 5 un alkylaryle, un ester en C₁ à C₁₂ de préférence en C₁ à C₃, ou un amide substitué.

14. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que dans le cumul n + p + q, n = 0, quand q > 0 et q = 0 10 quand n > 0.

15. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que, dans les motifs R₁ et R₂, l'alcool estérifiant la fonction carboxylique est de préférence en C₁ à C₄.

15

16. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que, dans le motif R₃, le radical alkyl est de préférence en C₁ à C₄.

20

17. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que, dans les motifs R₄ et R₅, le radical alkyl est de préférence en C₁ à C₄:

25

18. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que, dans les motifs R₄ et R₅, l'alcool estérifiant la fonction carboxylique est de préférence en C₁ à C₄.

30

19. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que, dans le motif R₇, le radical alkyl est de préférence en C₁ à C₄.

20. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que, dans les motifs R₉ et R₁₀, l'ester est préférentiellement en C₁ à C₃.

21. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que, dans les motifs R_9 et R_{10} , l'alkyle est préférentiellement en C_1 à C_3 .

5 22. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que, dans le motif R_{12} , l'ester est préférentiellement en C_1 à C_5 .

10 23. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que, dans le motif R_{12} , l'alkyle est de préférence en C_1 à C_3 .

15 24. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que la masse moléculaire des copolymères acryliques hydrosolubles formant l'agent de stabilisation, est comprise entre 5000 et 100 000.

20 25. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que les copolymères acryliques hydrosolubles formant l'agent de stabilisation sont au moins partiellement neutralisés, au moyen d'un agent de neutralisation choisi dans le groupe constitué par les hydroxydes de sodium, de potassium, d'ammonium, de calcium, de magnésium et les amines primaires, secondaires et tertiaires, aliphatiques 25 et/ou cycliques, en particulier les mono, di, tri éthanolamines, les mono et diéthylamines, la cyclohexylamine, la méthylcyclohexylamine...

30 26. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 12 caractérisé en ce que, la quantité pondérale de l'agent hydrosoluble de stabilisation exprimé en % en poids sec/sec dudit agent par rapport à la quantité pondérale de particules pulvérulentes mises en suspension, est comprise entre 0,02% et 5%, et préférentiellement entre 0,1% et 2%.

.35 27. Procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 26 caractérisé en ce que ledit procédé est conduit dans au

moins un séparateur hydraulique muni d'au moins un moyen dynamique de stabilisation.

28. Procédé selon la revendication 27 caractérisé en ce que, quand ledit procédé est conduit dans un seul séparateur hydraulique, la densité « ds » choisie évolue :

5 - dans le sens croissant, par ajout contrôlé des particules pulvérulentes définies et sélectionnées dans la suspension présente dans ledit séparateur hydraulique,
10 jusqu'à atteindre la nouvelle densité « ds » seuil choisie,

- dans le sens décroissant par ajout d'eau jusqu'à atteindre la nouvelle densité « ds » seuil choisie.

15 29. Procédé selon la revendication 28 caractérisé en ce que l'évolution de la densité de la suspension stable séparative, dans un sens croissant ou décroissant, s'effectue sous une agitation au moyen d'un mobile d'agitation et/ou d'une recirculation interne et/ou d'une
20 recirculation par prélèvement dans le fond du séparateur hydraulique et réinjection au sommet dudit séparateur du milieu aqueux dense en cours de correction.

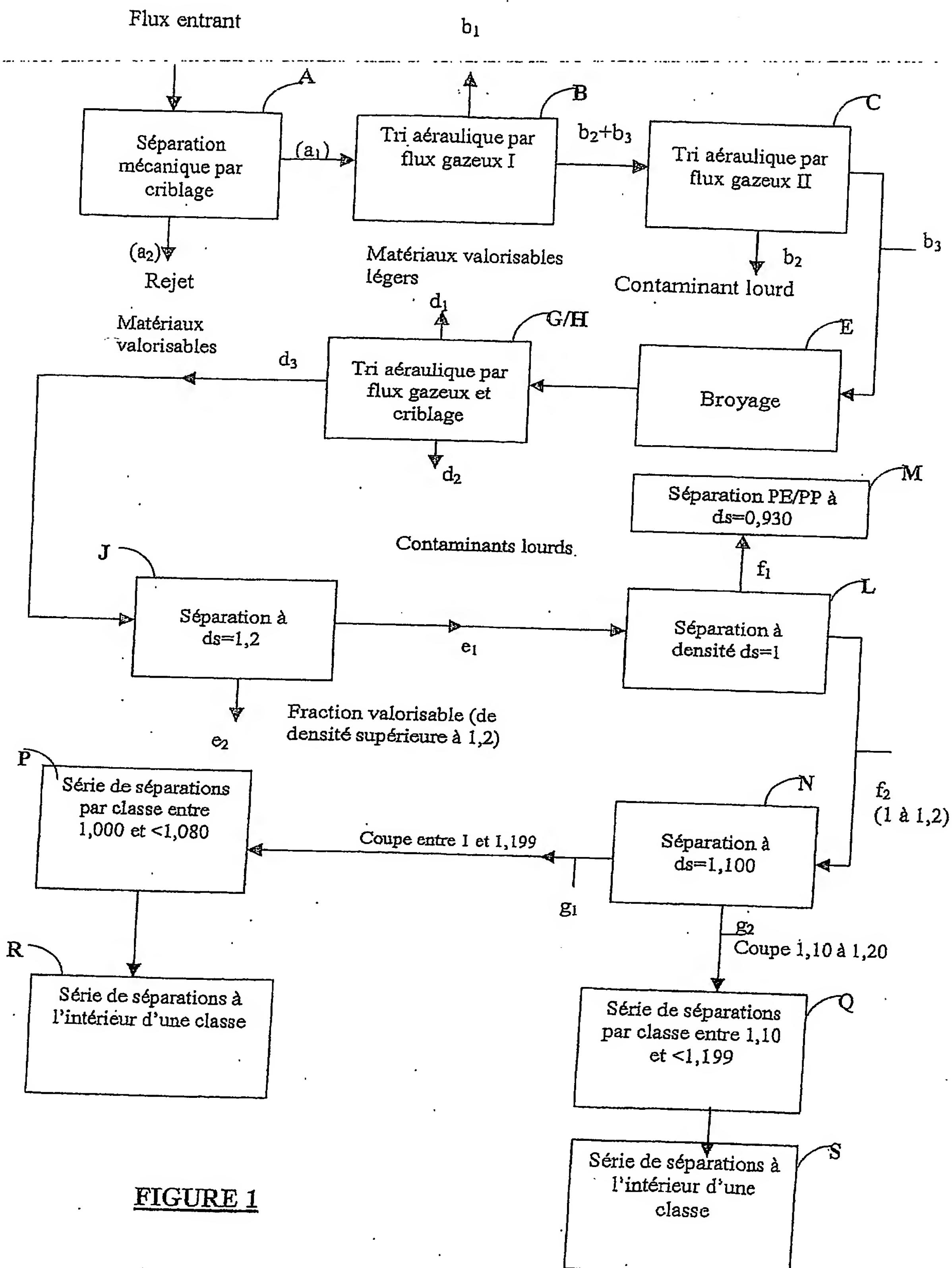
30. Procédé selon la revendication 27 caractérisé en ce que, dans le cas où ledit procédé est conduit dans plusieurs séparateurs hydrauliques, les divers séparateurs sont placés les uns à la suite des autres, selon un système en cascade fonctionnant avec des suspensions stables ayant chacune un seuil de densité « ds » précis,
30 dans un ordre croissant ou décroissant des densités.

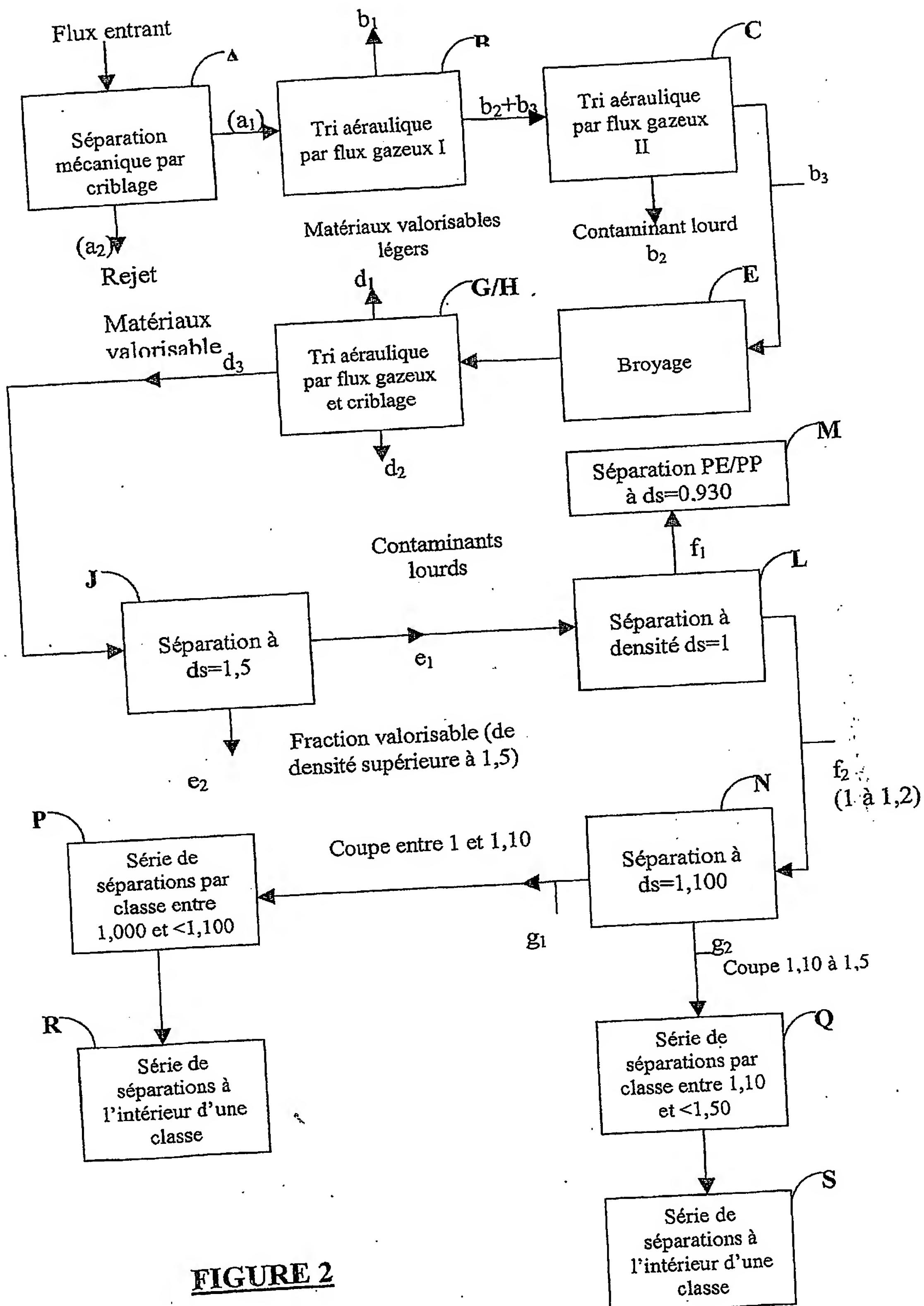
31. Procédé selon l'une quelconque des revendications 27 à 30 caractérisé en ce que, la densité seuil « ds » de la suspension aqueuse de séparation fine est contrôlée en continu par des moyens appropriés de mesure et soumise à correction dès lors qu'une dérive est perçue.

32. Procédé selon la revendication 31 caractérisé en ce que, chaque séparateur hydraulique est piloté quant à la densité du milieu dense qu'il contient au moyen de deux électrovannes s'ouvrant chacune sur deux circuits connectés à deux réservoirs, l'un des réservoirs contenant une suspension « mère » concentrée à environ 60% en poids de particules pulvérulentes, stabilisée en agent hydrosoluble de stabilisation, permettant d'introduire une quantité déterminée de la suspension mère qui corrige vers le haut toute dérive vers un abaissement de la densité du milieu dense de séparation fine, l'autre réservoir contenant de l'eau permettant d'introduire une quantité déterminée d'eau qui corrige vers le bas toute dérive vers une augmentation de la densité du milieu dense de séparation fine.

33. Procédé selon la revendication 32 caractérisé en ce que, dans chaque séparateur hydraulique, la mesure de la densité du milieu dense se fait en continu par des appareils de mesure adaptés qui déclenchent l'ouverture de l'une ou l'autre des électrovannes puis la fermeture dès lors que le niveau de densité seuil « ds » est atteint.

34. Utilisation du procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 33, à la séparation sélective des matériaux polymères en mélange, en particulier usagés, issus de la destruction d'automobile et/ou de biens de consommation durables en fin de vie.

FIGURE 1

**FIGURE 2**

26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Pour vous informer : INPI DIRECT

INPI direct 0 825 83 85 87
0.15 € TTC/min

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

reçue le 23/01/04

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

cerfa
N° 11235*03



DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1.../1...

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 @ W / 210103

| | |
|---|----------|
| Vos références pour ce dossier (facultatif) | BR1473 |
| N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL | 03144672 |
| TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) | |
| Procédé de séparation sélective de matériaux polymères fragmentés en particulier usagés, au moyen de suspensions aqueuses denses dynamiquement stabilisées. | |
| LE(S) DEMANDEUR(S) : | |
| GALLOO PLASTICS S.A. 1 AVENUE DU PORT FLUVIAL 59250 HALLUIN | |
| DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : | |
| 1 Nom de FERAUDY Prénoms Hugues Adresse Rue LA GIRARDIERE Code postal et ville 61912101 CHARANTAY | |
| Société d'appartenance (facultatif) | |
| 2 Nom SEINERA Prénoms Henri Adresse Rue 43 RUE LOUIS PASTEUR Code postal et ville 61916101 OULLINS | |
| Société d'appartenance (facultatif) | |
| 3 Nom Prénoms Adresse Rue Code postal et ville | |
| Société d'appartenance (facultatif) | |
| S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivie du nombre de pages. | |
| DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) | |
| Le 10 décembre 2003 Michel GAUCHERAND, Mandataire IXAS CONSEIL : 422-5/070 | |
| | |

PCT/FR2004/003150



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:



BLACK BORDERS



IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES



FADED TEXT OR DRAWING



BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING



SKEWED/SLANTED IMAGES



COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS



GRAY SCALE DOCUMENTS



LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT



REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY



OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.